



CNEN/SP

**ipen** Instituto de Pesquisas  
Energéticas e Nucleares

AUTARQUIA ASSOCIADA A UNIVERSIDADE  
DE SÃO PAULO

# **ESTUDO DA PRECIPITAÇÃO DE PARTÍCULAS DE MnS NO AÇO Fe-3% Si APÓS ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE**

**VICENE ALONSO RODRIGUES**

Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear.

Orientador:  
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

**São Paulo  
1996**

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**ESTUDO DA PRECIPITAÇÃO DE PARTÍCULAS DE MnS NO AÇO  
Fe-3%Si APÓS ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE**

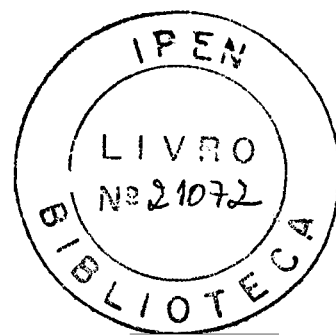
**VICENE ALONSO RODRIGUES**

Tese apresentada como parte dos requisitos  
para obtenção do Grau de Doutor em Ciências  
na Área de Reatores Nucleares de Potência  
e Tecnologia do Combustível Nuclear.

**Orientador: Dr. Waldemar Alfredo Monteiro**

**São Paulo**

**1996**



*"Uma pessoa pode permanecer  
parada numa correnteza, mas não  
no mundo dos homens."*

*Provérbio Japonês*

Ao Manolo,  
aos meus pais  
Roberto e Vilma  
dedico este trabalho

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço ao Dr. Waldemar Alfredo Monteiro pela orientação, incentivo, dedicação e amizade durante o período de realização deste trabalho.

À Dra. Helena de Souza Santos, Dr. Pedro Kiohara, à Simone pela atenção e carinho com que me receberam no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IFUSP, para a realização de análise das amostras com as quais finalizei este trabalho.

Ao Dr. Luís Filipe sempre disposto a fazer construtivas sugestões.

Ao Dr. Marco Antonio Cunha - Acesita - pela possibilidade de realização deste trabalho.

Ao Dr. Ronaldo Barbosa pela colaboração na realização dos ensaios de compressão a quente.

Aos colegas do Departamento de Metalurgia do IPEN pela convivência e carinho.

Agradeço ao meu amigo Adonis Saliba, sempre disposto a me ajudar e fazer construtivas sugestões ao trabalho.

Ao Luís Carlos e Nildemar Ferreira pela dedicação e colaboração.

Aos meus pais Roberto e Vilma pelo incentivo e carinho durante a realização deste trabalho.

Ao Manolo pela compreensão, apoio, incentivo e pela sua presença sempre ao meu lado nesses anos.

A todos aqueles que de alguma forma ajudaram a realização deste trabalho.

Ao CNPq pelo suporte financeiro.

Muito Obrigado,

Vicene

# **ESTUDO DA PRECIPITAÇÃO DE PARTÍCULAS DE MnS NO AÇO Fe-3% Si APÓS ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE**

**VICENE ALONSO RODRIGUES**

## **RESUMO**

Com o intuito de simular a precipitação de partículas de MnS no aço Fe-3%Si via laminador reversível Steckel, foi feito o estudo da precipitação dessas partículas após ensaio de compressão a quente com um e dois passes de deformação.

Foi feita a análise de tamanho de grão por microscopia óptica; a distribuição de partículas foi analisada por microscopia eletrônica de transmissão utilizando para preparação das amostras a técnica de réplica de extração de precipitados. Foram feitas observações, em duas regiões: na superfície e na espessura intermediária da amostra. O diâmetro das partículas foi medido por meio de analisador de imagens (Mini-Mop e Quantimet Leica) e o gráfico de distribuição foi fornecido por meio de uma planilha para microcomputador.

Com os resultados obtidos sugere-se que o ensaio utilizado neste trabalho forneceu subsídios necessários para o entendimento da precipitação de MnS após deformação a quente.

# **PRECIPITATION STUDY OF MnS PARTICLES IN Fe-3% Si STEEL AFTER HOT COMPRESSION PROCESS**

**VICENE ALONSO RODRIGUES**

## **ABSTRACT**

The aim of this work is the study of precipitation of MnS particles in electrical steel during hot compression process to simulate the precipitation of this particles in the hot rolling process.

The analysis of the precipitation has been made with samples processed at different conditions.

The specimens was mechanically conformed with 50% and 35% compression and quenched in water. The characterization of grain size was carried out using optical microscopy. The study of precipitation has been observed out on the surface and in the center of each sample. For TEM characterization of MnS particles an extraction replica technique has been used. The particle diameter was measured by image analyser (Quantimet Leica and Mini-Mop) and the data were processed by computer.

The results showed that the simulation of hot compression process give us necessary information concerning the silicon steel hot rolling.

# ÍNDICE

I. INTRODUÇÃO .....	1
II. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	5
II.1. INTRODUÇÃO .....	5
II.2. PRECIPITAÇÃO .....	11
II.3. PRODUTO DE SOLUBILIDADE DO MnS EM AÇOS ELÉTRICOS .....	14
II.4. PRECIPITAÇÃO DE PARTÍCULAS DE MnS .....	16
II.4.1. Estudo da Forma dos Precipitados de MnS .....	16
II.4.2. Sítios de Nucleação para Precipitação .....	16
II.4.2.1. Nucleação em Discordâncias e Subestruturas de Discordâncias .....	17
II.4.2.2. Nucleação em Contornos de Grão .....	18
II.4.2.3 - Nucleação em Falhas de Empilhamento .....	20
II.4.2.4. Nucleação na Matriz .....	20
II.5. ESTRUTURA INTERFACIAL ENTRE PRECIPITADOS E MATRIZ .....	20
II.6. CINÉTICA DE PRECIPITAÇÃO .....	22
II.6.1. Teoria Clássica da Nucleação .....	23
II.6.2. Teoria de Crescimento e Coalescimento .....	24
II.6.3. Relação Tempo-Temperatura-Precipitação .....	25
II.7. Teoria da Recristalização .....	31
II.7.1. Recuperação .....	32
II.7.2. Recristalização Primária .....	33
II.7.3. Recristalização Secundária .....	33
II.8. RECRISTALIZAÇÃO NO Fe-3%Si .....	34
II.9. PROPRIEDADES MAGNÉTICAS .....	38
II.9.1. Fatores Importantes que Afetam as Propriedades Magnéticas .....	41
II.9.1.1. Propriedades Intrínsecas .....	41

II.9.1.2. Fatores que Afetam a Perda no Núcleo . . . . .	43
II.10. ENSAIO DE COMPRESSÃO . . . . .	44
II.11. ANALOGIA DO ENSAIO DE COMPRESSÃO COM PROCESSO DE LAMINAÇÃO . . . . .	53
III. MATERIAIS E MÉTODOS . . . . .	55
III.1. MATERIAL UTILIZADO . . . . .	55
III.2. METODOLOGIA E TRABALHOS REALIZADOS . . . . .	56
III.2.1. Ensaio de Laminação a Quente via Laminador Steckel . . . . .	56
III.2.2. Estudo da Solubilização e Ensaio de Compressão a Quente . . . . .	57
III.3. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO . . . . .	66
IV. RESULTADOS E DISCUSSÃO . . . . .	68
IV.1. ENSAIO DE LAMINAÇÃO A QUENTE . . . . .	68
V.1.1. Análise da Distribuição e Tamanho de Precipitado . . . . .	68
IV.1.2. Análise de Difração de Raios-X . . . . .	76
IV.2. TRATAMENTO TÉRMICO PARA SOLUBILIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE MnS . . . . .	79
IV.2.1. Microscopia Optica e Microscopia Eletrônica de Transmissão . . . . .	79
IV.3. ENSAIOS DE COMPRESSÃO A QUENTE . . . . .	83
IV.3.1. Ensaio de Compressão a Quente com um Passe de Deformação . . . . .	83
IV.3.1.1. Ensaio de Compressão a Quente - Três Diferentes Temperaturas e Quatro Diferentes Tempos de Encharque . . . . .	83
IV.3.1.1.1. Análise do tamanho de grão - Microscopia Óptica . . . . .	83

IV.3.1.1.2. Análise da distribuição do tamanho do precipitado de MnS Observado por Microscopia Eletrônica de Transmissão . . . . .	88
IV.3.2. Ensaio de Compressão a Quente com Dois Passes de Compressão . . . . .	117
IV.3.2.1. Ensaio de Compressão a Quente - Três diferentes temperaturas, tempo constante no primeiro passe e três diferentes tempos no segundo passe . . . . .	117
IV.3.2.1.1. Análise do tamanho de grão - Microscopia Optica . . . . .	117
IV.3.2.1.2. Análise da distribuição do tamanho do precipitado de MnS Microscopia Eletrônica de Transmissão . . . . .	122
IV.4. IDENTIFICAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE MnS . . . . .	143
V. CONCLUSÕES . . . . .	145
V.1. ENSAIO DE LAMINAÇÃO A QUENTE . . . . .	145
V.2. TRATAMENTO TÉRMICO PARA SOLUBILIZAÇÃO . . . . .	146
V.3. ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE . . . . .	146
V.4. ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE (2 Passes) . . . . .	147
V.5. RESUMO ESQUEMÁTICO DA VARIAÇÃO DE PARÂMETROS ESTUDADOS NOS TIPOS DE ENSAIO . . . . .	149
V.5.1.a. Laminação a Quente . . . . .	149
V.5.1.b. Laminação a Quente (Esquema Quantitativo) . . . . .	149
V.5.2.a. Solubilização . . . . .	150
V.5.2.b. Solubilização (Esquema Quantitativo) . . . . .	150
V.5.3.a. Compressão a Quente ( 1 Passe) . . . . .	151
V.5.3.b. Compressão a Quente (1 Passe) - Esquema Quantitativo . . . . .	152
V.5.4.a.Compressão a Quente (2 Passes) Esquema Qualitativo . . . . .	153

V.5.3.b. Compressão a Quente (2 Passes) - Esquema	
Quantitativo	154
V.6. TRABALHOS FUTUROS	154
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	155

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Laminador Reversível Steckel.	3
Figura 2 - História do desenvolvimento das propriedades magnéticas de Fe-3%Si <sup>(3)</sup> .	6
Figura 3 - Posição da célula unitária com relação à direção de laminação para diferentes texturas. (a) (100) [011], (b) (110) [001], (c) (100) [001].	7
Figura 4 - Diagrama de fase do Fe-Si.	8
Figura 5 - Arranjo dos átomos ao redor das interfaces: a) coerente; b) semicoerente; c) não coerente.	22
Figura 6 - Curvas PTT para MnS <sup>(20, 40)</sup> .	27
Figura 7 - Ordem de ocorrência da recristalização e precipitação em ligas supersaturadas. (a) Diagrama de fases (esquemático) de liga de concentração Co solubilizada e deformada à temperatura ambiente no estado supersaturado. (b) Curva TTT envolvendo precipitação e recristalização <sup>(41)</sup> .	28
Figura 8 - Desenho esquemático mostrando a precipitação descontínua associada à migração de um contorno de alto ângulo durante a recristalização primária reduzindo as energias relativas ao excesso de discordâncias e à supersaturação <sup>(41)</sup> .	29
Figura 9 - Influência da concentração do soluto na recristalização de uma liga supersaturada e deformada. (I) Recristalização sem precipitação. (II) Recristalização seguida de precipitação. (III) Recristalização com precipitação descontínua simultânea. (IV)	

Precipitação e recristalização contínua <sup>(41)</sup> . . . . .	30
Figura 10 - Diagrama esquemático mostrando o contorno entre o grão que está crescendo e os grãos pequenos. . . . .	34
Figura 12 - Diagrama esquemático de nucleação de crescimento preferencial dos grãos secundários de Goss. . . . .	38
Figura 13 - Efeito da direção cristalográfica na magnetização do Fe-3%Si. . . . .	40
Figura 14 - Variação da estrutura dos domínios durante a magnetização. (a) não magnetizado, (b) contornos em movimento, (c) domínios não orientados são eliminados, (d) rotação do domínio magnetizador. . . . .	41
Figura 15 - Variação das propriedades fundamentais do ferro-silício com a composição da liga a 293 K <sup>(48)</sup> . . . . .	42
Figura 16 - Ensaio de compressão na ausência de tensões de atrito. . . . .	45
Figura 17 - Ensaio de compressão na presença de forças de atrito. . . . .	47
Figura 18 - Simulação de um ensaio de compressão incluindo o efeito de flambagem. . . . .	48
Figura 19 - Influência das zonas de fluxo restringido sobre o desenvolvimento da deformação e da carga, durante o ensaio de compressão. . . . .	50
Figura 20 - Influência do aumento da altura inicial do corpo de prova em um ensaio de compressão, no qual as condições de atrito foram mantidas constantes. . . . .	51
Figura 21 - Influência do decréscimo do diâmetro inicial do corpo de prova em um ensaio de compressão, no qual as condições de atrito foram mantidas constantes. . . . .	52
Figura 22 - Comparação entre o processo de laminação e uma compressão simples. . . . .	53
Figura 23 - A tira mostrando as respectivas distâncias referentes às amostras analisadas. . . . .	57
Figura 24 - Especificação da direção de laminação e superfície de observação. . . . .	57
Figura 25 - Forno de luz centralizada utilizado para a realização do ensaio de compressão a quente. . . . .	59

Figura 26 - Evolução da temperatura com o tempo do forno, mostrando esquema de ensaio de compressão a quente para um passe de compressão. ....	60
Figura 27 - Esquema de ensaio de deformação por compressão a quente (1 passe). ....	61
Figura 28 - Esquema do ensaio de deformação por compressão a quente (2 passes). ....	62
Figura 29 - Corpos de prova - (a) não ensaiado, (b) ensaio de compressão (1 passe), (c) ensaio de compressão (2 passes). ....	63
Figura 30 - Esquema do corte longitudinal e transversal da amostra ensaiada por compressão a quente. ....	64
Figura 31 - Micrografia eletrônica de transmissão, preparação de amostra (réplica de extração de precipitados) (a) início, (b) 25%, (c) 50%, (d) final da tira (região da superfície). ....	70
Figura 32(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância do início da tira (região da superfície). ....	71
Figura 32(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância de 25% da tira (região da superfície). ....	71
Figura 32(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância de 50% da tira (região da superfície). ....	72
Figura 32(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância do final da tira (região da superfície). ....	72
Figura 33 - Micrografia eletrônica de transmissão, preparação de amostra (réplica de extração de precipitados) (a) início, (b) 25%, (c) 50%, (d) final da tira (região da espessura intermediária). ....	73
Figura 34(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância do início da tira (região da espessura intermediária). ....	74

Figura 34(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância de 25% da tira(região da espessura intermediária). . . . .	74
Figura 34(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância de 50% da tira (região da espessura intermediária). . . . .	75
Figura 34(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância do final da tira(região da espessura intermediária). . . . .	75
Figura 35 - Esquema da variação dos dois parâmetros (densidade e tamanho da partícula em função da profundidade da tira). . . . .	76
Figura 36 - Planos de orientação cristalográfica da amostra referente ao início da tira (superfície, 200, 400, 600, 800, 1000 $\mu\text{m}$ ). . . . .	77
Figura 37 - Planos de orientação cristalográfica da amostra referente a distância de 25% da cabeça da bobina (superfície, 200, 400, 600, 800, 1000 $\mu\text{m}$ ). . . . .	77
Figura 38 - Planos de orientação cristalográfica da amostra referente a distância de 50% da cabeça da bobina (superfície, 200, 400, 600, 800, 1000 $\mu\text{m}$ ). . . . .	78
Figura 39 - Planos de orientação cristalográfica da amostra referente ao final da cabeça da bobina (superfície, 200, 400, 600, 800, 1000 $\mu\text{m}$ ). . . . .	78
Figura 40 - Micrografias ópticas referentes às amostras tratadas termicamente a 1573K: (a) 300 s, (b) 1800 s. . . . .	80
Figura 41 - Microscopia eletrônica de transmissão referente a tratamento térmico de 1573 K, preparação da amostra (réplica de extração de precipitados) e gráfico de distribuição de tratamento das partículas: (a) 300 s, (b) 1800 s e (c) gráfico de distribuição. . . . .	82
Figura 42- Micrografias ópticas referentes às três temperaturas diferentes de ensaio e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície): (a) 1173K, 32s; (b) 1173K, 470 s; (c) 1273K, 32s;(d) 1273K, 470s; (e) 1373K, 32s; (f) 1373K, 470s. . . . .	86

Figura 43 - Micrografias ópticas referentes às três temperaturas diferentes de ensaio e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária): (a) 1173K, 32s; (b) 1173K, 470 s; (c) 1273K, 32s;(d) 1273K, 470s; (e) 1373K, 32s; (f) 1373K, 470s. . . . .	87
Figura 45(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a 1173 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da superfície). . . . .	91
Figura 45(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a 1173 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da superfície). . . . .	91
Figura 45(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a 1173 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da superfície). . . . .	92
Figura 45(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a 1173 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da superfície). . . . .	92
Figura 46 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície). . . . .	93
Figura 47 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com temperatura de 1273 K e quatro diferentes tempos de encharque.(a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s; (região da superfície). . . . .	95
Figura 48(a) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da superfície). . . . .	96
Figura 48(b) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da superfície). . . . .	96
Figura 48(c) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da superfície). . . . .	97

Figura 48(d) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da superfície). . . . .	97
Figura 49 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície). . . . .	98
Figura 50 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com a temperatura de 1373 K e quatro diferentes tempos de encharque.(a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s; (região da superfície). . . . .	99
Figura 51(a) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da superfície). . . . .	100
Figura 51(b) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da superfície). . . . .	100
Figura 51(c) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da superfície). . . . .	101
Figura 51(d) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da superfície). . . . .	101
Figura 52 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície). . . . .	102
Figura 53 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com a temperatura de 1173 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária). (a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s. . . . .	104
Figura 54(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	105

Figura 54(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	105
Figura 54(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	106
Figura 54(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	106
Figura 55 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária). . . . .	107
Figura 56 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com a temperatura de 1273 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária). (a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s. . . . .	109
Figura 57(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	110
Figura 57(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	111
Figura 57(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	111

Figura 57(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	112
Figura 58 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária). . . . .	112
Figura 59 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com a temperatura de 1373 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária). (a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s. . . . .	114
Figura 60(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	114
Figura 60(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	115
Figura 60(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	115
Figura 60(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da espessura intermediária). . . . .	115
Figura 61 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária). . . . .	116

Figura 80(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 32 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária). . . . .	141
Figura 80(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 60 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária). . . . .	141
Figura 80(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 338 segundos no segundo passe de compressão. . . . .	142
Figura 81 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e três tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária). . . . .	142
Figura 82 - Espectro de EDS, mostrando os picos de S e Mn na amostra Fe-3%Si. . . . .	144

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição Química do Fe-3%Si (% peso). . . . .	55
Tabela 2 - Diâmetro Médio das Partículas de MnS Observadas em MET em Amostras de Fe-3%Si Laminadas a Quente. . . . .	68
Tabela 3 - Diâmetro Médio de Grão por Microscopia Óptica de Amostras Solubilizadas de Fe-3% Si. . . . .	79
Tabela 4 - Tamanho Médio das Partículas de MnS Observadas por MET em Amostras de Fe-3% Si Solubilizadas em Diferentes Tempos. . . . .	81
Tabela 5 - Diâmetro Médio de Grão ( $\mu\text{m}$ ). (Superfície) das Amostras de Fe-3% Si Ensaçadas em Compressão a Quente (1 passe). . . . .	84

Tabela 6 - Diâmetro Médio de Grão ( $\mu\text{m}$ ). (Espessura Intermediária) das Amostras de Fe-3% Si Ensaçadas em Compressão a Quente (1 passe). . . . .	85
Tabela 7 - Tamanho Médio da Partícula de MnS após Ensaio de Compressão a Quente (1 passe). . . . .	89
Tabela 8 - Tamanho Médio de Partículas de Amostras de Fe-3% Si (Espessura Intermediária) Ensaçadas em Compressão a Quente (1 passe). . . . .	103
Tabela 9 - Tamanho Médio de Grão das Amostras de Fe-3% Si (superfície) com Compressão a Quente ( 2 passes). . . . .	118
Tabela 10 - Tamanho Médio de Grão das Amostras de Fe-3% Si (região da espessura intermediária) com Compressão a Quente (2 passes). . . . .	119
Tabela 11 - Tamanho Médio das Partículas Referentes as Amostras de Fe-3% Si (região da superfície) com Compressão a Quente (2 passes). . . . .	122
Tabela 12 - Tamanho Médio das Partículas Referentes as Amostras de Fe-3%Si (região da espessura intermediária) com Compressão a Quente (2 passes). . . . .	123

## I. INTRODUÇÃO

As chapas de aço silício de grão orientado começaram a ser comercialmente produzidas em 1945; suas propriedades têm sido continuamente melhoradas e sua utilização é crescente, principalmente em núcleos de transformadores utilizados em reatores avançados <sup>(1)</sup>.

Os aços elétricos constituem um dos materiais mais importantes utilizados na forma de chapas laminadas, nos núcleos dos equipamentos elétricos. A nomenclatura comercial distingue “aços laminados” que contêm pouco ou nenhum silício. Os aços de silício são ainda caracterizados como variedade de grão orientado (GO) e grão não orientado (GNO) <sup>(2)</sup>.

O aço silício de grão orientado é utilizado para aplicação em núcleo de transformadores, geradores de potência e outros equipamentos elétricos que servem na sociedade para geração e distribuição de energia elétrica.

A necessidade de alta qualidade e a complexidade da linha de produção destes aços, fizeram necessário o controle de parâmetros que afetam as propriedades finais. Recentemente os mecanismos envolvidos no processo de recristalização secundária foram estudados através da avaliação de parâmetros microestruturais e suas relações, que controlam o desenvolvimento da orientação final, particularmente o crescimento de grão, textura e presença de partículas de segunda fase <sup>(3)</sup>.

Durante o processo de fabricação do aço silício GO é necessária a inibição do crescimento de grão. No recozimento a alta temperatura ocorre um processo de crescimento seletivo de grãos. A seleção dos grãos que crescem é função da orientação cristalográfica, e resulta em um crescimento anormal dos grãos com

determinada orientação (orientação de Goss), que crescem às expensas das demais.

Para que ocorra o crescimento seletivo, é necessário que o crescimento normal seja inibido até temperaturas relativamente altas (1073 - 1273 K).

O grau de orientação preferencial obtido é função do poder de inibição do crescimento normal dos grãos. As tecnologias existentes diferem basicamente, pelo tipo de inibidor que utilizam.

Sabe-se que a partícula de MnS tem sido utilizada como elemento inibidor de crescimento de grão. A morfologia dessas partículas possui considerável importância no desenvolvimento da textura final e nas propriedades magnéticas desse aço. As partículas grandes de MnS têm efeito ancorador pequeno em contornos de grão e por essa razão, é importante saber como produzir dispersão de partículas finas de MnS a altas temperaturas <sup>(4)</sup> durante a produção da dispersão.

Na indústria, a precipitação das partículas de MnS ocorre quando o aço é laminado a alta temperatura, um dos processos de laminação a quente é o laminador reversível Steckel. O laminador Steckel constitui-se de quatro cilindros de dois pequenos fornos onde a tira é bobinada alternadamente durante a laminação (Figura 1).

A cinética de precipitação de MnS durante deformação a quente em aços é um assunto não somente industrial, mas envolve também questões de metalurgia física e mecânica <sup>(4)</sup>.

Com o objetivo de estudar o fenômeno que ocorre na laminação, avaliou-se a precipitação de partículas de MnS após ensaio de compressão a quente com um e dois passes de deformação.

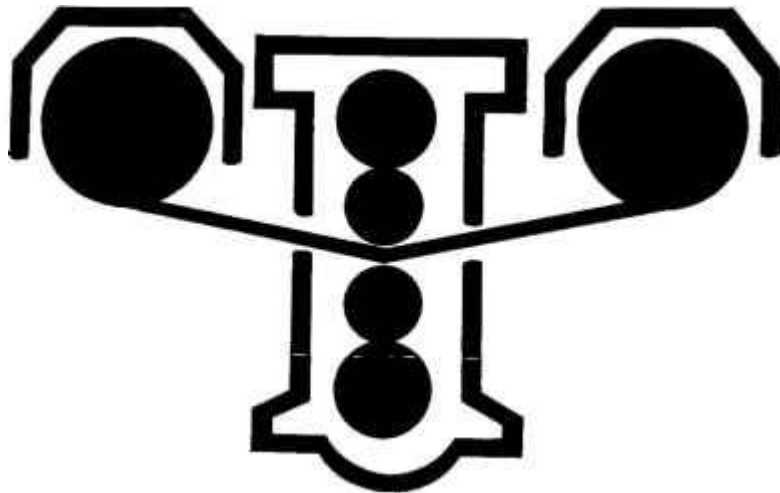


Figura 1 - Laminador Reversível Steckel.

Visando o entendimento da simulação do processo de laminação do Fe-3%Si na indústria os trabalhos publicados até o presente momento analisam a precipitação de partículas de MnS a partir de ensaios de fluência e torção, havendo poucos trabalhos com ensaio de compressão a quente.

Neste trabalho foi utilizado o aço silício fabricado pela Acesita e o crescimento do grão foi inibido por meio de partículas de MnS dispersas no material.

Este trabalho compreende os seguintes capítulos:

- Revisão Bibliográfica sobre os principais parâmetros que influenciam no na obtenção do processamento do aço: solubilização, precipitação e a cinética de precipitação.

• **Materiais e Métodos**, onde é descrito o material utilizado, a metodologia experimental e equipamentos utilizados.

• **Resultados e Discussões**.

• **Conclusões**.

• **Trabalhos Futuros**.

## II. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### II.1. INTRODUÇÃO

A importância de materiais magnéticos moles está relacionada com a geração e utilização de energia elétrica. A produção da energia elétrica duplica em cada década e a perspectiva para o seu uso é intensa <sup>(5)</sup>.

No século passado, aços de baixo carbono foram preferencialmente usados como materiais para núcleos de transformadores.

A história do aço silício iniciou-se no começo deste século quando se descobriu os benefícios advindos da adição do silício ao aço, melhorando, assim a sua resistividade e propriedades magnéticas como mostra a Figura 2.

Os maiores desenvolvimentos em aço silício foram:

1900 - silício adicionado ao ferro.

1935 - desenvolvimento do silício de grão orientado (textura de Goss).

1957 - desenvolvimento do silício com orientação  $\{100\} \langle 001 \rangle$ .

1968 - desenvolvimento do silício de grão super orientado (textura de Goss).

A primeira tira comercial foi produzida na Alemanha e Estados Unidos em 1903 e o primeiro transformador com núcleo desse aço foi fabricado em 1906 <sup>(6)</sup>.

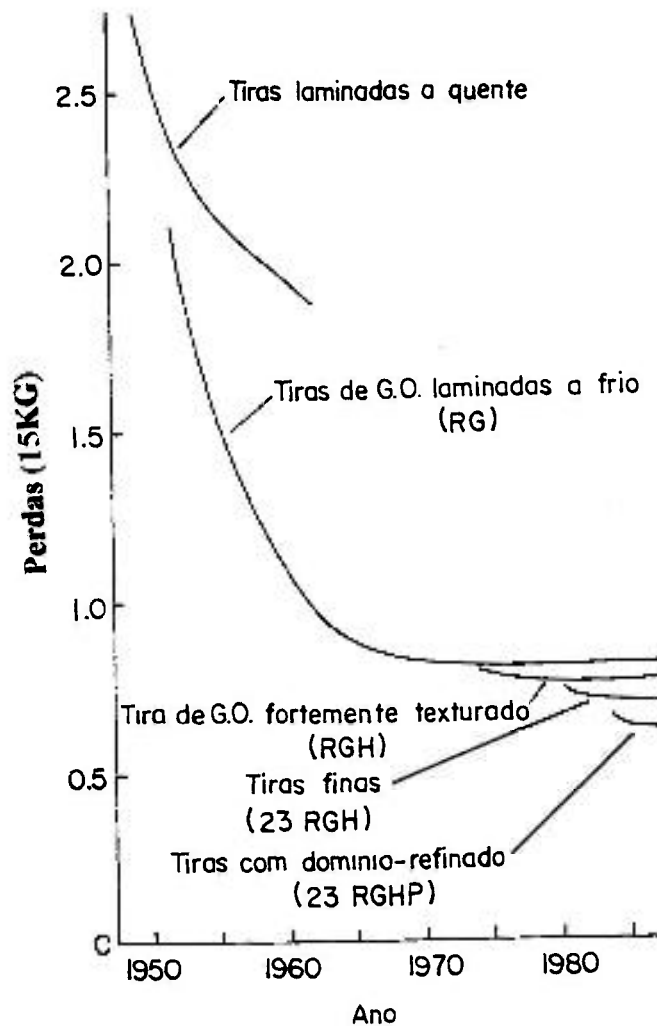


Figura 2 - História do desenvolvimento das propriedades magnéticas de Fe-3%Si <sup>(3)</sup>.

Em 1934, Norman Goss desenvolveu um método de obtenção de chapas de aço silício com grãos orientados, cuja estrutura cristalina apresenta os planos [110] paralelos à superfície da chapa, como mostra a Figura 3.

O método consiste na produção de uma chapa mediante laminação a quente e esta é submetida a dois estágios de laminação a frio com recozimento intermediário. O material é descarbonetado e por último, a chapa é submetida a um recozimento final a alta temperatura que promove a recristalização e o crescimento dos grãos com orientação seletiva <sup>(7)</sup>.

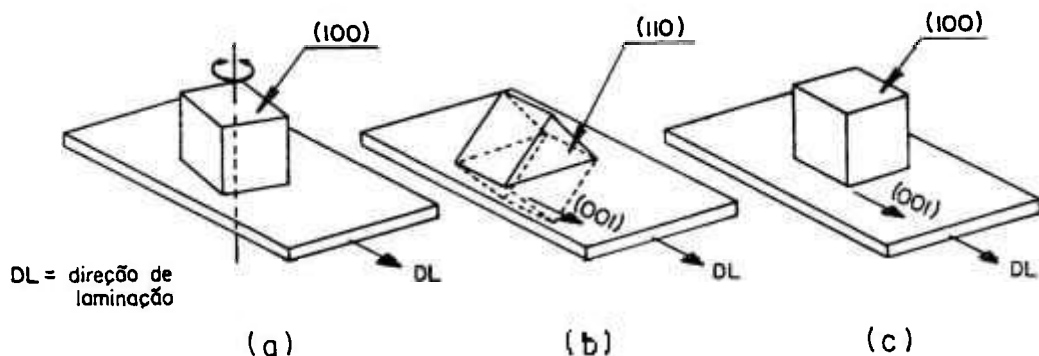


Figura 3 - Posição da célula unitária com relação à direção de laminação para diferentes texturas. (a) (100) [011], (b) (110) [001], (c) (100) [001].

A adição do silício modifica a fase do aço Fe-Si de forma tal que o sistema apresenta-se mais perto da curva austenítica. O aço silício, apresentando-se com mais de 1,9% em peso, é um material com estrutura ccc (fase ferrítica) em toda faixa de temperatura<sup>(8)</sup> (Figura 4). Este fato possibilita tratamentos térmicos a alta temperatura necessários para desenvolvimento da textura, e impede que esta orientação preferencial adquirida seja destruída por transformação durante o estágio posterior a frio. A adição de teores acima de 5% em peso de silício no metal, torna-o frágil, dificultando a laminação em tiras<sup>(9)</sup>, e, este é o motivo para se estabelecer os 3% em peso<sup>(10)</sup>.

A origem da textura de Goss no aço silício de grão orientado interessou a cientistas por quase meio século. O desvio médio da orientação ideal em materiais chamados (RM), material regular, é aproximadamente 7 graus. Este material é fabricado geralmente em dois estágios de redução a frio com recozimento intermediário e utilizando-se MnS como inibidor de crescimento de grão.

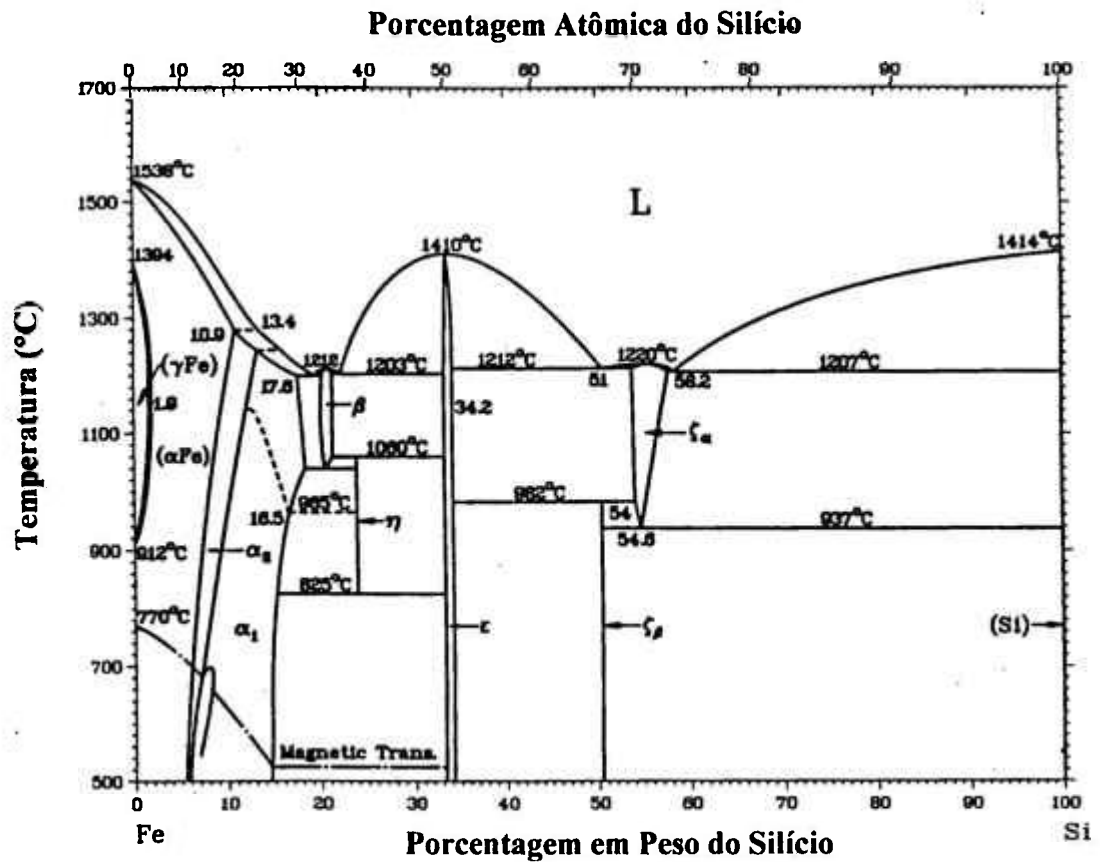


Figura 4 - Diagrama de fase do Fe-Si.

Em 1966, uma nova categoria de aço silício de grão orientado, conhecido como HI - B, foi anunciado pela Nippon Steel Corporation. O processo da Nippon baseia-se no efeito de inibição de partículas de MnS e AlN para produzir um aço fortemente texturado (orientação (110) [001]).

Em 1973, a Kawasaki Steel Corporation desenvolveu um produto similar chamado RG - H. O processo da Kawasaki consistia na adição ao aço, de pequena quantidade de antimônio (Sb) que complementaria a ação inibidora de MnS e MnSi. Outros pesquisadores como Jackson, Grenoble e Fiedler, demonstraram mais tarde, um desenvolvimento do aço silício de grão orientado utilizando o boro e nitrogênio<sup>(4)</sup>.

Esses dois tipos de aço (HI - B) e (RG - H), possuem alta permeabilidade

e baixa perda de potência, para altas densidades do fluxo, quando comparados aos aços de grão orientado que utilizam as partículas de MnS como inibidor de grão. Para operações que requerem alta densidade de fluxo, passam a ser economicamente viáveis. No transformador, o fluxo nem sempre coincide com a direção de laminação (direção de fácil magnetização), particularmente nas junções e cantos, e, conseqüentemente, nesses casos não há necessidade da utilização de aços fortemente texturados porque não produzirão nenhum efeito adicional <sup>(12)</sup>. Por essa razão aços fortemente texturados não suplantaram os aços convencionais.

Na última década, os aços de grão orientado têm sido utilizados em vários produtos e faz-se necessário o desenvolvimento de suas propriedades para a economia de eletricidade <sup>(13)</sup>; por isso, é necessário um melhor entendimento da metalurgia física desses materiais.

Os fatores importantes para produzir aço silício de grão orientado são o controle da textura na recristalização primária e a dispersão do inibidor <sup>(13)</sup>. O mecanismo da recristalização secundária e a influência da textura na recristalização primária foram estudados por muitos autores, bem como, a variação da textura ao longo da profundidade da espessura da tira no processo de laminação a quente, que desempenha importante contribuição para a perfeita recristalização secundária <sup>(14)</sup>. Em particular, grãos orientados preferencialmente (Goss), que são núcleos potenciais para recristalização secundária, e são formados nos estágios intermediários do processo de laminação a quente e iniciam-se na parte central da tira por deformação. Os grãos com textura de Goss são introduzidos pela fricção entre os cilindros e a tira durante a deformação. Os grãos crescem pelo processo de coalescência de subgrãos, é sugerido que isto ocorra nos passes intermediários de laminação.

Recentemente, experiências com aço silício de grão orientado mostraram que muitas variáveis metalúrgicas importantes influenciam a perda no núcleo e na propriedade magnética.

A recente tendência no mercado de aços laminados para motor é vindo do desenvolvimento de tiras de aços puros. Essa evolução do uso de tiras magnéticas é adequado para motores de pequeno e médio porte onde a baixa resistividade elétrica do aço puro é favoravelmente balanceada pela boa condutividade térmica e alta saturação magnética. Além disso, esse material, duplamente orientado, com orientações preferenciais  $\{100\} \langle 001 \rangle$ , está crescendo em trabalhos de indução que exijam processos de indução magnética. Essa textura é obtida previamente em tiras de aços puros de muitas maneiras, mas essa tecnologia ainda não foi transferida para a indústria <sup>(15)</sup>.

Hoje em dia, o estudo de aços elétricos mostra que as partículas de MnS desempenham um papel importante na fabricação desses aços como inibidoras do crescimento de grão. Isso é necessário para fornecer o potencial termodinâmico para a recristalização secundária com textura (110) [001]. A cinética de crescimento dos grãos secundários é influenciada pela distribuição de partículas de MnS presentes antes do início da recristalização secundária. A força de retardamento exercida por estas partículas na migração do contorno de grão durante a recristalização primária segue o critério de Zener<sup>(4)</sup>. Para uma dada fração volumétrica, pequenas partículas têm maior efeito de inibição no crescimento dos grãos do que as partículas maiores, isto é, atuam efetivamente na inibição do crescimento de grão, se estão finamente dispersas na matriz. A cinética de precipitação do MnS é afetada pelo reaquecimento da tira e pelo processo de laminação a quente. Tiras são geralmente reaquecidas a altas temperaturas antes dos processos intermediário e final de laminação a quente. Por este tratamento, os inibidores de crescimento de grão são dissolvidos e conseqüentemente novamente precipitados como partículas finas dispersas durante a laminação a quente. Depois de completada a laminação, está estabelecida a distribuição básica das partículas inibidoras, embora ainda possa ser modificada por tratamento térmico posterior <sup>(16)</sup>.

Para a melhoria das propriedades magnéticas é ainda necessário um entendimento profundo do comportamento de nucleação das partículas de MnS durante deformação a quente <sup>(16)</sup>.

Neste trabalho procurou-se estudar a precipitação de MnS através de ensaio de compressão a quente, com identificação e análise da distribuição de precipitados por meio de microscopia eletrônica de transmissão.

## II.2. PRECIPITAÇÃO

Na fabricação do aço Fe-3%Si com textura  $\{110\} \langle 001 \rangle$  ou orientação de Goss, dois importantes fatores devem ser obtidos para haver o crescimento do grão secundário:

- a) o inibidor do crescimento de grão, seja ele, MnS, MnSe ou AlN na forma de inclusões dispersas e pequenas ou, de inibidores, em solução sólida, Sb, B, ou N são necessários para evitar o crescimento do grão primário no estágio inicial do recozimento final;
- b) uma estrutura apropriada de grãos completamente recristalizada com suficiente número com orientação “cube-on-edge” deve estar presente antes do recozimento final. Estes dois fatores são afetados pelos processos de reaquecimento da tira e de laminação <sup>(17)</sup>.

A recristalização secundária é entendida como consequência da existência de certas impurezas presentes em pequenas quantidades que afetam a mobilidade do contorno de grão. Existem dois mecanismos possíveis para explicar a mobilidade do contorno. O primeiro mecanismo sugere que a fração de soluto de impurezas existentes é que influencia a mobilidade por segregação no contorno. O segundo mecanismo sugere que a fração precipitada imobiliza os contornos por inclusão ancoradora (inclusão que limita a difusão do contorno de grão) num grande número de sítios. Sabe-se que nenhum mecanismo exclui o outro <sup>(18)</sup>.

Em trabalhos publicados, onde se estudou a precipitação de partículas de MnS e AlN, observa-se que as partículas de MnS servem como sítios de nucleação para precipitação de partículas de AlN <sup>(19)</sup>. Isto se deve ao fato das partículas de MnS precipitarem antes das de AlN <sup>(20)</sup>. Deste modo, a nucleação e distribuição de partículas de MnS desempenham importante papel na formação da textura nos aços elétricos quando as partículas de MnS e AlN são empregadas como inibidoras de crescimento de grão <sup>(20)</sup>.

O papel das partículas na formação da textura é ainda muito debatido devido ao grande número de estudos que mostra que partículas dispersas não determinam a orientação dos grãos que crescem, mas somente proporcionam a possibilidade para o desenvolvimento da recristalização secundária; embora haja controvérsias<sup>(21)</sup>.

A influência das partículas na seletividade do crescimento dos grãos durante a recristalização secundária é também evidenciada pelo atraso da orientação durante a migração de contorno de diferentes grãos. Isso pressupõe, primeiramente, a presença de uma textura inicial perfeita e em segundo, a existência de relações cristalográficas definidas entre as partículas precipitadas e a matriz. Isto é válido somente para partículas precipitadas que são orientadas, por exemplo: precipitação de AlN em Fe-3%Si. Isto não é aplicável para formação de textura simples durante a recristalização secundária que desenvolve em uma textura pobre em materiais policristalinos contendo fases dispersas não orientadas, como (Mn, Fe)Se. Tipos diferentes de fases inibidoras são utilizadas na produção de aço elétrico anisotrópico e a textura {110} <001> que se desenvolve durante a recristalização secundária é melhorada com o aumento da quantidade de partículas dispersas.

Quando a fase inibidora é insuficiente ou não uniformemente distribuída, ocorre um menor retardamento da migração do contorno de grão, tornando possível diferentes grãos crescerem em distintas regiões da estrutura e assim, a escolha da orientação dos grãos que estão crescendo poderá ser ao acaso. Em condições de distribuição homogênea de partículas, a influência da sua quantidade na perfeição

da textura na recristalização secundária está relacionada com fatores de interação entre a migração de contorno de grãos e as partículas <sup>(21)</sup>.

Sokolov <sup>(22)</sup> estudou o mecanismo pelo qual contornos de grãos liberam-se da influência inibidora de partículas de segunda fase. Isto está associado ao aumento da solubilidade das inclusões na região do contorno e conseqüente migração do contorno de grão; esses parâmetros aumentam a possibilidade de mudança na quantidade, distribuição e tamanho das inclusões perto do contorno.

Existem três modos de interação entre contorno de grão e inclusões presentes. No primeiro, o contorno de grão é bloqueado por inclusões; em um segundo hipótese, as inclusões seriam arrastadas pelo movimento do contorno de grão e no terceiro, o contorno ficaria ao redor da inclusão ou envolveria a inclusão. O modo de interação atuante depende da quantidade, dispersão e natureza das inclusões, das desorientações do contorno de grão e do valor do potencial termodinâmico responsável para migração <sup>(22)</sup>.

A influência retardadora das inclusões está associada à redução da área total do contorno quando este encontra uma partícula, levando a uma situação de menor energia. Zener determinou que a diminuição no potencial termodinâmico do contorno de migração está relacionada com energia no material que tem uma fração volumétrica de inclusões de raio  $r$ . Com o aumento da temperatura ocorrerá o aumento da fração volumétrica das inclusões no material, uma parte se dissolverá e o raio médio das partículas remanescentes crescerá (coalescência de partículas). Esse processo reduz o efeito da inibição da migração do contorno de grão <sup>(22)</sup>.

Os aços elétricos podem ser fabricados controlando-se o crescimento do grão durante a recristalização primária e secundária com uma distribuição conveniente de partículas precipitadas. As propriedades magnéticas desses aços de grão orientado dependem da distribuição do tamanho dessas partículas, frequentemente precipitados de MnS. Em contraste com os efeitos dos precipitados de MnS nesses aços, sua nucleação e crescimento durante a deformação a quente

ainda são relativamente desconhecidos. Com o entendimento desses fatores, torna-se possível a otimização da distribuição e morfologia dos precipitados de MnS<sup>(4)</sup>.

Um fator importantíssimo é a solubilidade dos componentes do material. Sabe-se que o enxofre é solúvel em aço fundido (estado líquido), mas sua solubilidade é muito baixa na fase sólida do aço. O enxofre é precipitado na forma de sulfetos de metal durante a solidificação e, dependendo da temperatura de reaquecimento, novas precipitações podem ocorrer durante a laminação a quente<sup>(23)</sup>. O estudo do produto de solubilidade é assim importante para determinação dos outros parâmetros do processo.

### II.3. PRODUTO DE SOLUBILIDADE DO MnS EM AÇOS ELÉTRICOS

Para selecionar corretamente as condições de tratamento térmico e de ensaio de deformação do aço necessita-se do conhecimento de parâmetros tais como condições de concentração para a precipitação da partícula inibidora (nitreto ou sulfeto). Essas condições são determinadas pela reação:



onde:

M = metal em solução sólida

X = não metal em solução sólida

MX = composto que constitui a fase precipitada (MnS)

Para o sulfeto de manganês em aços, a lei de ação das massas indica que a relação entre as concentrações de Mn e S em equilíbrio pode ser descrita pela equação:

$$[Mn][S] = L_{MnS} \quad (2)$$

onde fatores entre parênteses são as concentrações expressas em porcentagem em peso, e  $L_{MnS}$  é uma quantidade que depende da temperatura chamada de produto de solubilidade. Quando a temperatura aumenta, o valor  $L_{MnS}$  depende do valor de  $\Delta H_{MnS}$ .

$$\log(L_{MnS}) = \frac{\Delta H_{MnS}}{4,575 T} + B \quad (3)$$

onde  $\Delta H_{MnS}$  é a variação da entalpia durante a transformação de 1 g-mol de MnS em solução sólida, T é a temperatura absoluta e B é uma constante. Geralmente o produto de solubilidade de MnS segue a equação:

$$\log(L_{MnS}) = -\frac{A}{T} + B \quad (4)$$

Muitos autores <sup>(24 - 27)</sup> pesquisaram os valores das constantes A e B para aços elétricos, mas os resultados não são concordantes devido a diferentes métodos experimentais e aços utilizados. Neste trabalho foi utilizado a equação:

$$\log(L_{MnS}) = -\frac{14855}{T} + 6,82 \quad (5)$$

que foi fornecida através de estudos do comportamento da dissolução do MnS em aços contendo 3% Si, 0,08% Mn e 0,025% S. As amostras foram tratadas termicamente em várias temperaturas no intervalo de 1375 a 1623 K por 1800 segundos, seguindo-se de têmpera <sup>(20)</sup>.

## **II.4. PRECIPITAÇÃO DE PARTÍCULAS DE MnS**

### **II.4.1. Estudo da Forma dos Precipitados de MnS**

A forma do precipitado de MnS depende da fabricação do aço e do processo de deformação. Baseado na observação de que a solubilidade do enxofre no aço aumenta de acordo com a diminuição da solubilidade do oxigênio, sugeriu-se que há formação de três diferentes tipos de precipitados.

O tipo I é globular, apresenta-se com variados tamanhos e sua composição tem também a presença de oxigênio, possui distribuição aleatória. O precipitado de MnS do tipo II possui estrutura dendrítica e apresenta-se como precipitados finos ocorrendo nos últimos estágios de solidificação do lingote. Entretanto, o tipo II é encontrado no contorno de grão primário na forma dendrítica. O tipo de precipitado II depende mais dos parâmetros de temperatura e concentração de oxigênio no aço do que sulfetos do tipo I, que precipitam a altas temperaturas. O precipitado do tipo III tem formato irregular e frequentemente é distribuído aleatoriamente. Esse tipo é similar ao tipo I. Entretanto, o tipo III sempre forma inclusões monofásicas enquanto o tipo I geralmente apresenta-se na forma de inclusões multifásicas <sup>(23)</sup>.

### **II.4.2. Sítios de Nucleação para Precipitação**

O primeiro estágio para se obter um reforço em um metal puro tendo como resultado uma liga é a formação de solução sólida. O segundo estágio é supersaturar a solução sólida e, por um conveniente tratamento térmico ou por envelhecimento, fazer com que o excesso de soluto precipite como segunda fase. Esse processo é conhecido como tratamento térmico de precipitação e pode ser

observado para muitas ligas, mas o comportamento detalhado varia de liga para liga. Isso é uma particularidade da estrutura e morfologia do precipitado e sua relação com a matriz <sup>(28)</sup>.

Sabe-se que os precipitados nucleiam preferencialmente nos defeitos de rede <sup>(4)</sup>. Isto ocorre porque quando uma nova fase nucleia no metal base (matriz), uma interface é formada entre as duas fases. A interface cria um local de aumento de energia quando os primeiros átomos se juntam na nova estrutura <sup>(29)</sup>. O desajuste entre o precipitado e a matriz do metal pode ficar menor quando a nucleação ocorre em locais de alta energia como discordâncias e contorno de grão. Deste modo, a energia introduzida pela nucleação pode ser liberada mais facilmente. Os sítios para nucleação têm sido observados principalmente em contorno de grão, discordância, falha de empilhamento e na própria matriz por microscopia eletrônica <sup>(29)</sup>.

#### **II.4.2.1. Nucleação em Discordâncias e Subestruturas de Discordâncias**

As discordâncias e subestruturas de discordâncias são importantes sítios para nucleação de partículas de segunda fase, principalmente quando o aço é deformado <sup>(4)</sup>. A formação de colônias de precipitados nas vizinhanças das discordâncias tem sido observado em um grande número de ligas.

No modelo inicial para esse processo (Silcock and Tunstall [1964] ) e com a subsequente modificação por Nes [1974], foi proposto um mecanismo via escalada de discordâncias tal que precipitados podem nuclear repetidamente no campo de tensão das discordâncias em movimento. Durante a escalada, a discordância emite lacunas. A incorporação das lacunas emitidas na rede dos precipitados pode reduzir a energia de desajuste entre a matriz e o precipitado se a fase precipitada tiver um volume atômico maior que a matriz ao seu redor <sup>(29)</sup>.

Estudos feitos por MET (Wirth and Gleiter [1981 a, b]) levaram à conclusão que a presença de deformação gera excesso de átomos de soluto em região de intensa difusividade que migram rapidamente pelas discordâncias em escalada e precipita na forma de uma corrente de pequenos precipitados devido à sua grande razão superfície-volume. Essas partículas finas coalescem rapidamente, formando colônias de precipitados coalescidos atrás dos anéis de discordâncias em escalada<sup>(29)</sup>.

A alta estabilidade de pequenos precipitados é atribuída à alta energia interfacial contra o crescimento e coalescimento. O modelo proposto por Kesternich consiste basicamente de dois mecanismos. O primeiro mecanismo explica um regime inicial de rápido crescimento através de um potencial termodinâmico extra, via reações de discordâncias, levando a aumento de supersaturação de partículas de 2ª fase. O segundo mecanismo explica o término desse regime de crescimento, por imobilização da rede de discordâncias, quando os precipitados cresceram o suficiente para fixar-se nas discordâncias fazendo com que o processo de movimento de discordâncias cesse<sup>(30)</sup>.

#### **II.4.2.2. Nucleação em Contornos de Grão**

A nucleação de precipitados ocorre principalmente em defeitos cristalinos. A probabilidade de ocorrer precipitação em contornos de grão depende de muitos parâmetros, como:

- a) orientação relativa entre dois grãos com particular consideração para o desarranjo atômico no contorno;
- b) defeitos no contorno de grão, tais como degraus e discordâncias extrínsecas em contorno de grão, introduzidas pela interação entre discordâncias e contornos durante a deformação;

- c) a segregação do soluto no contorno de grão <sup>(4 e 31)</sup>.

As razões para diferentes estruturas de precipitados em contornos de alto ângulo são explicadas pela densidade e cinética de crescimento do precipitado no contorno de grão. Esses dois parâmetros são determinados por:

- a) densidade de defeitos (discordâncias intrínsecas, degraus e saliências) presentes, como resultado da desorientação entre dois grãos vizinhos;
- b) nível de segregação de dois contornos de grão em relação aos elementos de liga;
- c) difusividade dos elementos de liga em atravessarem ou ficarem retidos no contorno de grão, bem como de um contorno para o seu adjacente;
- d) a inclinação do plano do contorno em relação à rede de dois grãos adjacentes desempenha um importante papel para a nucleação de precipitados e sua morfologia <sup>(31)</sup>.

Nos planos do contorno, em discordâncias extrínsecas, pode haver nucleação de precipitados e crescimento no contorno de grão. Sabe-se que defeitos extrínsecos servem como sítios de nucleação quando o plano do contorno é levado para longe do plano de orientação de hábito de crescimento do precipitado. Então, espera-se que defeitos extrínsecos sejam sítios preferenciais para fácil nucleação do precipitado em contorno de grão pelo aumento da mobilidade do soluto da matriz para o contorno via "pipe diffusion" e redução da energia de deformação durante a precipitação. Pode-se concluir que essas discordâncias estavam

presentes no contorno antes da nucleação e que servem como sítios preferenciais para nucleação <sup>(31)</sup>.

#### **II.4.2.3 - Nucleação em Falhas de Empilhamento**

Muitos autores <sup>(31, 32, 33)</sup> observaram que partículas precipitam em falha de empilhamento e que pode ser explicado em termos da precipitação em discordâncias parciais pelo mecanismo de escalada de discordância. Entretanto, sabe-se que falhas de empilhamento são sítios para nucleação menos favoráveis do que discordâncias não dissociadas, porque a criação de falhas de empilhamento requer energia adicional e portanto uma maior supersaturação do soluto para nucleação<sup>(4)</sup>.

#### **II.4.2.4. Nucleação na Matriz**

Observa-se em metais uma precipitação aleatória na matriz. Comparando-se com outros mecanismos, a nucleação na matriz é mais difícil de ser encontrada. Nota-se que esse tipo de nucleação ocorre somente quando a supersaturação dos solutos é muito alta ou quando há grande concentração de vacâncias que são introduzidas por têmpera ou outros meios <sup>(4)</sup>.

### **II.5. ESTRUTURA INTERFACIAL ENTRE PRECIPITADOS E MATRIZ**

Em materiais polifásicos, diferentes fases estão lado a lado e se diferem tanto em composição quanto em estrutura. A fronteira que separa as duas fases

é chamada de interface. Quanto maior for o grau de desajuste entre as duas fases tanto maior será a energia da interface <sup>(34)</sup>.

A principal característica de partículas de segunda fase é a acomodação entre o núcleo das partículas que está se formando e a área da matriz que o circunda, esta acomodação aumenta a probabilidade de nucleação das partículas da 2ª fase nos defeitos de rede e isto é importante para a teoria cinética de precipitação <sup>(4)</sup>.

Dependendo das relações de acomodação, cujo defeito é um “desajuste” entre as duas fases, elas podem ser classificadas em três tipos: coerente, semi-coerente e não coerente <sup>(34)</sup>. No precipitado coerente, os dois parâmetros de rede são praticamente iguais e as direções cristalográficas da rede são alinhadas. Na interface do precipitado quasi-coerente os parâmetros de rede pouco diferem.

O desajuste de rede pode ser descrito pela seguinte relação:

$$\delta = 2 \frac{a_p - a_m}{a_p + a_m} \quad (6)$$

Onde  $a_p$  e  $a_m$  são os parâmetros de rede do precipitado e da matriz, respectivamente.

Na Figura 5a, o parâmetro de desajuste  $\delta$  é positivo ( $a_p$  maior que  $a_m$ ). Essa situação é geralmente o resultado da precipitação de soluções sólidas supersaturadas. A Figura 5b mostra o precipitado semi coerente; observa-se que as redes do precipitado e da matriz coincidem ao longo de um conjunto de direções cristalográficas onde os parâmetros são aproximadamente similares mas, ao longo de outra direção, discordâncias são necessárias para acomodar a grande diferença nos parâmetros de rede. No caso do precipitado não coerente, a rede da 2ª fase

é diferente da rede da matriz, como na Figura 5c <sup>(29)</sup>.

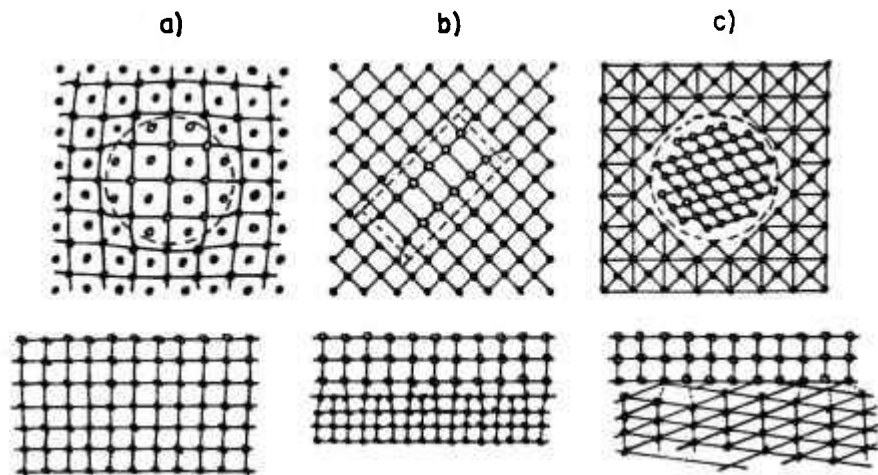


Figura 5 - Arranjo dos átomos ao redor das interfaces:

a) coerente; b) semicoerente; c) não coerente.

## II.6. CINÉTICA DE PRECIPITAÇÃO

A cinética de precipitação apresenta-se como uma reação de nucleação e crescimento, com núcleos formando-se nos últimos estágios do processo. Considerando-se a taxa de nucleação constante e densidade de sítios de nucleação fixa, Avrami sugeriu que uma transformação isotérmica pode ser representada por:

$$f_v = 1 - \exp(-k_0 t^n) \quad (7)$$

Onde:

$f_v(t)$  é a fração de volume transformada;

$k_0$  é a constante que depende do grau de supersaturação e da temperatura;

$t$  é o tempo decorrido ;

$n$  é uma constante experimental.

Essa equação é sempre utilizada na análise de dados experimentais representando a cinética, geralmente é conhecida como equação de Johnson-Mehl ou Avrami <sup>(29)</sup>. Resultados experimentais são frequentemente tratados ajustando-se curvas de  $\log [1 - f_v(t)]^{-1}$  versus  $\log(t)$ , fornecendo a inclinação da reta com coeficiente  $n$ , quando essa equação é válida <sup>(4)</sup>. Com muitos estudos feitos, ficou claro que o expoente  $n$  do tempo depende de vários fatores como: temperatura, grau de deformação do material, composição química do aço em estudo, tipos de sítios de nucleação e mecanismos de nucleação e crescimento.

### II.6.1. Teoria Clássica da Nucleação

A base da teoria da nucleação é que quando uma nova fase nucleia dentro de uma fase do metal base, uma interface é formada entre as duas fases. Quando os primeiros átomos se reúnem para formar uma nova estrutura é criada uma interface, com conseqüente aumento de energia livre. A teoria desse processo, que descreve a energia da barreira interfacial para nucleação, foi desenvolvida considerando a passagem do estado de vapor para líquido condensado por Volmer e Hood [1934] e Becher e Doring [1935]. Esse modelo foi aplicado para metais por Turnbull e Fisher [1949] transformação para solidificação de metais de sólido para sólido <sup>(29)</sup>. Desde então, essa teoria tem sido fundamental para o entendimento qualitativo e quantitativo das mudanças estruturais em metalurgia física.

Em termos da teoria clássica da nucleação, a taxa de nucleação para um estado de equilíbrio é descrito como <sup>(35, 36)</sup>:

$$J = Z\beta^* N \exp(-\Delta G^*/kT) \quad (8)$$

Onde:

Z é o fator de não equilíbrio;

$\beta^*$  é a taxa na qual os átomos são adicionados aos núcleos críticos;

N é o número de sítios de nucleação por unidade de volume;

$\Delta G^*$  é a energia livre crítica para nucleação;

K é a constante de Boltzmann, e

T é a temperatura absoluta.

Muitos autores (Dutta e Sellars <sup>(37)</sup>, Liu e Jonas <sup>(38)</sup>) têm modificado a teoria para nucleação de carbonetos em discordâncias, havendo uma boa concordância com os dados experimentais. Entretanto não há trabalhos nos quais a pesquisa da precipitação de partículas de 2ª fase tenha sido feita em termos da teoria clássica <sup>(4)</sup>.

### II.6.2. Teoria de Crescimento e Coalescimento

Em soluções sólidas supersaturadas, o efeito da difusão pode ser a formação de grãos da nova fase e dois estágios desse processo podem ser distinguidos. No primeiro, a variação de concentração produz núcleos de uma nova fase, que cresce diretamente do meio supersaturado. No segundo estágio, o começo pode ser considerado quando os grãos formados chegam a um tamanho apropriado e o grau de supersaturação da matriz torna-se muito pequeno; nestas circunstâncias, temos o processo de coalescimento que é o crescimento de grandes grãos da nova fase através da incorporação de menores <sup>(39)</sup>.

O crescimento e o coalescimento das partículas de segunda fase pode ser descrito por mecanismos controladores. Quando a difusão de longo alcance é rápida e o transporte do átomo através da interface é lento, a interface será a controladora do crescimento. Se a reação de interface é muito mais rápida que o processo de difusão, então, a difusão é a controladora do processo de crescimento.

O processo durante o qual ocorre crescimento competitivo de partículas é chamado de coalescimento. Isto significa que a fração total do volume que precipita permanece constante e as partículas maiores crescem continuamente consumindo as menores (cinética controlada por difusão maciça, "bulk diffusion") <sup>(4)</sup>.

### **II.6.3. Relação Tempo-Temperatura-Precipitação**

Para se obter uma laminação com parâmetros de aquecimento adequados é necessário o conhecimento do tempo de início da precipitação ( $P_i$ ) e o tempo final da precipitação ( $P_f$ ). Por razões práticas, muitos desses resultados são colocados na forma de diagrama "tempo-temperatura-precipitação".

#### **(a) Temperatura**

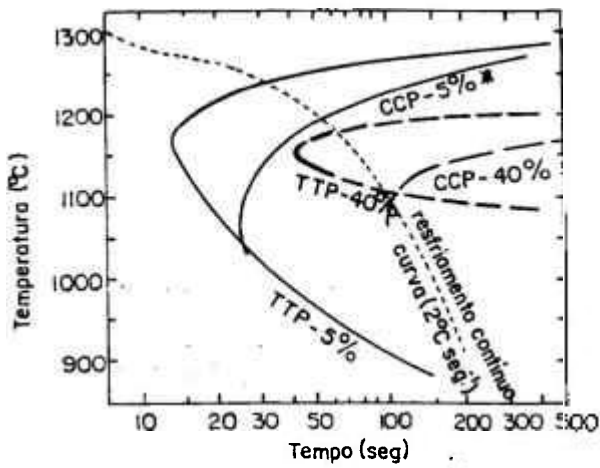
Os tempos de início e final de precipitação estão fortemente relacionados com a temperatura e estão associados com a de cinética de precipitação que é controlada pela supersaturação a alta temperatura e por difusividade a baixas temperaturas. A taxa de precipitação é lenta a altas temperaturas devido à fraca supersaturação e é gradualmente acelerada quando a temperatura diminui. Quando há grande diminuição da temperatura, a difusão dos elementos metálicos fica mais difícil e conseqüentemente, a reação de precipitação diminui outra vez. A competição entre a supersaturação e a difusividade é responsável pelo "nariz" da

curva PTT <sup>(4)</sup>.

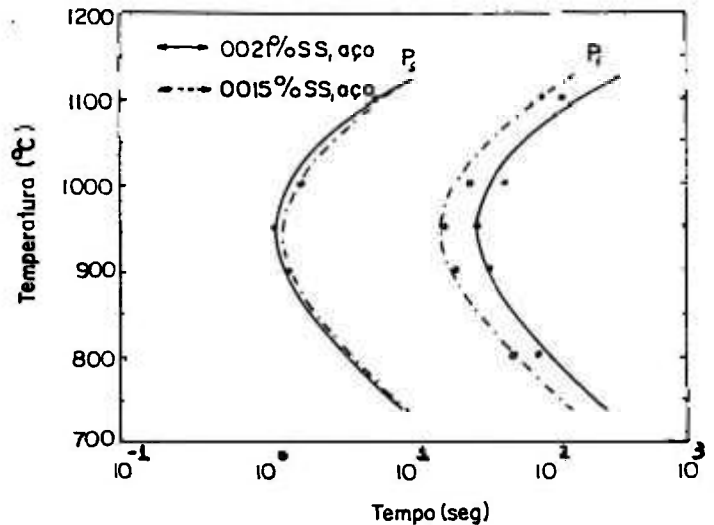
### ***(b) Elemento de Liga***

A adição de elementos de liga exerce mudanças na posição do diagrama PTT ocasionando uma mudança na atividade ou na difusividade da taxa do elemento controlador. Iwayama e colaboradores <sup>(20)</sup> e Sun e colaboradores <sup>(40)</sup> estudaram a cinética de precipitação de MnS em aço silício e chegaram a resultados diferentes. Os dados de Iwayama e colaboradores sugerem que a maior velocidade de precipitação ocorre a 1423 K. O trabalho de Sun e colaboradores sugere que a maior velocidade de precipitação ocorre a 1223 K. A Figura 5 mostra as duas curvas PTT.

Huppi <sup>(40)</sup> atribui a diferença dos resultados dos trabalhos supracitados à diferença do teor de carbono das ligas utilizadas em cada caso. O teor mais elevado de carbono na liga utilizada no trabalho de Iwayama e colaboradores resultaria em maior porcentagem de austenita a alta temperatura (próximo a 1423K) onde a precipitação de MnS é mais rápida que na ferrita <sup>(14)</sup>; portanto o diagrama de Iwayama estaria mostrando a cinética de precipitação na fase austenita. Os dados dos dois autores estariam mostrando dois mecanismos distintos de precipitação e seriam complementares e não contraditórios.



(a) Iwayama et al.



(b) Sun et al.

Figura 6 - Curvas PTT para MnS <sup>(20, 40)</sup>

### (c) Deformação

As curvas PTT obtidas para aços deformados se localizam para tempos menores quando comparadas com aços não deformados. A aceleração da cinética de precipitação pelo aumento da deformação ou pela taxa de deformação é atribuída à presença de discordâncias e vacâncias induzidas por deformação que aumenta a densidade de sítios de nucleação bem como a taxa de difusão <sup>(4)</sup>.

### (d) Recristalização.

Em uma liga supersaturada e deformada pode ocorrer a precipitação de partículas de segunda fase na mesma faixa de temperatura em que ocorre a

recristalização, sendo que ambos os fenômenos influenciam-se mutuamente. A Figura 7 mostra a ordem de ocorrência dos dois processos em uma liga hipotética; para temperaturas de recozimento maiores que  $T_1$  ocorre apenas a recristalização sem precipitação, entre  $T_1$  e  $T_2$  ocorre precipitação ao término da recristalização primária <sup>(41)</sup>.

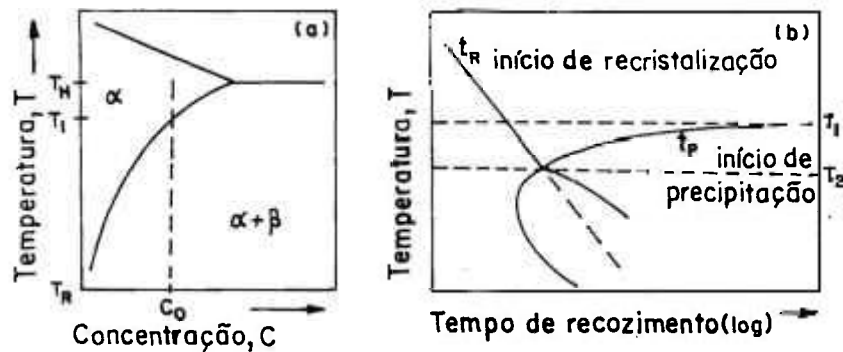


Figura 7 - Ordem de ocorrência da recristalização e precipitação em ligas supersaturadas. (a) Diagrama de fases (esquemático) de liga de concentração  $C_0$  solubilizada e deformada à temperatura ambiente no estado supersaturado. (b) Curva TTT envolvendo precipitação e recristalização <sup>(41)</sup>.

Para recozimentos em temperaturas menores que  $T_2$ , a precipitação ocorre antes da recristalização, influenciando no rearranjo de discordância durante a recuperação e na migração dos contornos de grão de baixo e alto ângulo.

A Figura 8, mostra o caso da precipitação descontínua ocorrendo junto a frente de reação da recristalização <sup>(41)</sup>.

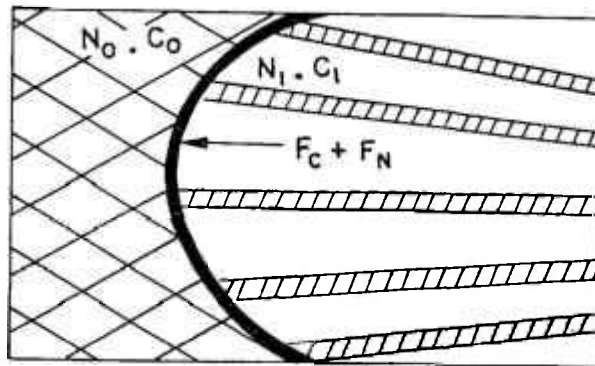


Figura 8 - Desenho esquemático mostrando a precipitação descontínua associada à migração de um contorno de alto ângulo durante a recristalização primária reduzindo as energias relativas ao excesso de discordâncias e à supersaturação <sup>(41)</sup>.

Na Figura 9 são apresentados os intervalos I e II onde a recristalização não sofre interferência da precipitação mas apenas da segregação de soluto nos contornos de alto ângulo. No intervalo III, ocorre a precipitação simultânea com a recristalização e no intervalo IV, a precipitação (contínua e descontínua) é intensa o suficiente para impedir a migração dos contornos de alto ângulo. Nesse caso, um possível mecanismo de restauração da microestrutura é chamado recristalização contínua, considerada como recuperação acentuada <sup>(41)</sup>.

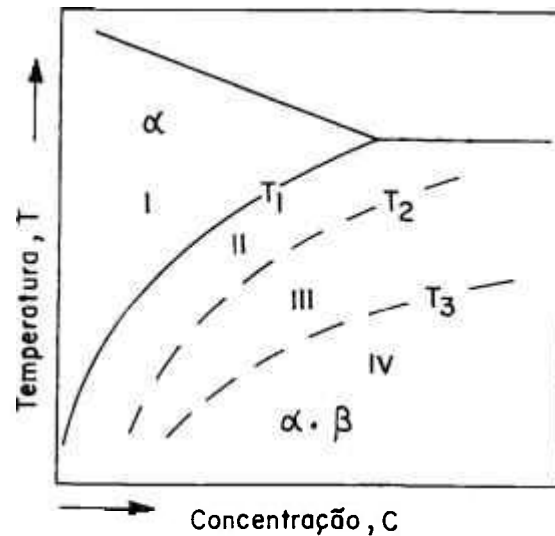


Figura 9 - Influência da concentração do soluto na recristalização de uma liga supersaturada e deformada. (I) Recristalização sem precipitação. (II) Recristalização seguida de precipitação. (III) Recristalização com precipitação descontínua simultânea. (IV) Precipitação e recristalização contínua <sup>(41)</sup>.

No caso da precipitação ocorrer junto aos contornos de grão em migração (descontínua), a recristalização é acelerada devido ao aumento do potencial termodinâmico para migração dos contornos <sup>(41)</sup>.

## II.7. Teoria da Recristalização

A recristalização pode ser tratada como uma transformação de fase que se dá por nucleação e crescimento <sup>(41)</sup>. O processo que ocorre durante a recristalização pode ser discutido considerando-se um material deformado plasticamente e que não sofre transição de fase no intervalo de tempo considerado. Como resultado do aumento de defeitos na sua microestrutura esse material está termodinamicamente instável. Com o aumento da temperatura, haverá mudanças na sua microestrutura de modo a diminuir a energia armazenada na deformação. Essa diminuição acontece por redução e rearranjo de defeitos cristalinos <sup>(42)</sup>. Em casos particulares, esse fenômeno pode acontecer de diferentes maneiras. Para uma classificação geral, é provado que o fenômeno ocorre abaixo do ponto de fusão em termos de cinco processos fundamentais; que são as principais mudanças microestruturais, sendo que cada região do metal passa pela sequência indicada:

- 1) reação entre defeitos puntiformes e aglomerados de defeitos; levando a uma diminuição da quantidade dos mesmos.
- 2) aniquilação de discordâncias de sinais opostos e encolhimento dos anéis de discordâncias.
- 3) rearranjo de discordâncias de modo a formar configurações mais favoráveis energeticamente (por exemplo, contornos de baixo ângulo).
- 4) absorção de defeitos puntiformes e discordâncias por contornos de grão migrando através do metal.
- 5) redução da área total de contornos de grão.

Geralmente um metal policristalino deformado não alcança o estado termodinamicamente mais estável por um simples processo <sup>(42)</sup>. Os processos

citados podem superpor-se local e cronologicamente <sup>(41)</sup>. Se o estado de aumento de energia é criado, por um outro meio que não seja uma deformação plástica, ou seja, por têmpera de um monocristal em alta temperatura ou por bombardeamento de partículas, então, os processos 1) e 2) serão observados durante recozimento. Em cada caso particular, o comportamento será governado pelo tipo, concentração e arranjo dos defeitos de rede introduzidos no metal durante o tratamento. Esses detalhes estruturais determinam a diminuição da energia livre durante cada processo, isto é, determinam o potencial termodinâmico e a taxa de reação associada com o processo em consideração <sup>(42)</sup>.

Em uma descrição mais generalizada pode-se considerar que os processos 1) e 2) são definidos como recuperação e os processos 4) e 5) recristalização (migração de contorno de alto ângulo). Se o processo intermediário 3) contribui para a formação de contorno de alto ângulo, então, considera-se como parte da recristalização <sup>(42)</sup>.

### **II.7.1. Recuperação**

A recuperação inclui aqueles processos que não envolvam a varredura da microestrutura encruada por contorno de alto ângulo. Portanto, neste estágio, o cristal ou agregado policristalino encruado retém sua identidade básica, embora a densidade e distribuição de defeitos se modifique durante o recozimento.

Sabe-se que o estado instável é formado antes do recozimento. Se, entretanto, o estado instável for formado durante o recozimento, isto é, por deformação plástica a temperatura suficientemente alta, então, nesse caso ter-se-á uma recuperação dinâmica ou recristalização dinâmica <sup>(42)</sup>.

### **II.7.2. Recristalização Primária**

O caso mais importante na prática é quando se tem um metal trabalhado a frio. Durante o recozimento, novos grãos são nucleados e crescem às expensas das regiões encruadas até consumi-las, totalmente. A recristalização primária está completa e o metal possui tamanho de grão recristalizado mínimo, o qual é função de fatores tais como: composição, grau de encruamento prévio e temperatura de recozimento.

### **II.7.3. Recristalização Secundária**

Se o recozimento continua após completada a recristalização primária, o contorno de grão migra através da estrutura recristalizada, desse modo aumenta o diâmetro médio do grão. Este processo é chamado de crescimento de grão e há dois tipos de crescimento: normal ou contínuo e descontínuo. Durante o crescimento normal, o tamanho do grão individual é relativamente uniforme, enquanto que no caso de crescimento de grão descontínuo, as diferenças nos tamanhos individuais aumentam devido ao crescimento mais rápido de alguns grãos.

Em um crescimento descontínuo de grãos, um pequeno número de grãos cresce às expensas dos outros até que estes são consumidos (recristalização secundária). O potencial termodinâmico para inibir o crescimento do grão é aproximadamente três ordens de grandeza menor que para a recristalização primária. Conseqüentemente, o fenômeno de crescimento de grão é muito mais vagaroso <sup>(42)</sup>.

Existem pelo menos três possibilidades para inibir o crescimento de grão: partículas de segunda fase, forte textura, superfície livre (chapas finas).

## II.8. RECRISTALIZAÇÃO NO Fe-3%Si

A textura de Goss no aço silício de grão orientado é obtida no recozimento final a alta temperatura por meio de recristalização secundária <sup>(29)</sup>. O processo de recristalização secundária se caracteriza pelo crescimento rápido de poucos grãos com orientação de Goss que consomem os demais grãos da matriz, obtendo-se no final grãos da ordem de centímetros <sup>(4)</sup>. Os núcleos para a recristalização secundária são grãos da matriz primária, maiores que o tamanho médio do grão, que tendem a crescer até alcançar um tamanho crítico. Neste tamanho crítico, a curvatura do seu contorno possui alto potencial termodinâmico para sustentar um crescimento anormal de grão <sup>(29)</sup>.

O tamanho de grão crítico é função da razão  $(\gamma_s/\gamma_p)$  entre a energia da interface  $(\gamma_s)$  dos contornos de grão que separam os grãos grandes dos grãos pequenos da matriz, e a energia de interface  $(\gamma_p)$  dos contornos entre os grãos da matriz, como é mostrado na Figura 10<sup>(29)</sup>.

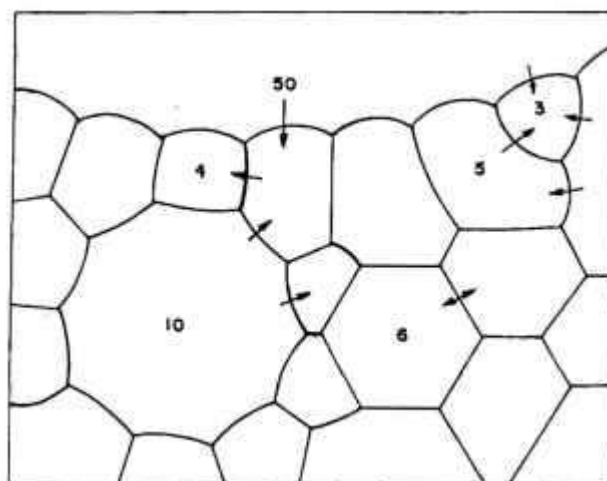


Figura 10 - Diagrama esquemático mostrando o contorno entre o grão que está crescendo e os grãos pequenos.

Este tamanho crítico de grão ainda é função do movimento dos contornos de grão devido ao crescimento de grãos inibidos.

O diâmetro crítico ( $D_c$ ) para recristalização secundária, na presença de partículas dispersas, é dado por:

$$D_c = \frac{\frac{3}{4} \left( 4 \frac{\gamma_s}{\gamma_p} - 1 \right)^{1/2}}{1 - \left( \frac{\alpha \gamma_s}{3 \gamma_p} \right) \frac{f}{r}} d \quad (13)$$

Onde:

- $f \equiv$  fração de volume das partículas dispersas
- $r \equiv$  raio das partículas
- $d \equiv$  tamanho médio do grão da matriz
- $\gamma_s \equiv$  energia de interface entre grão grande e grão pequeno vizinhos
- $\gamma_p \equiv$  energia de interface de contorno entre grãos da matriz
- $\alpha \equiv$  constante

A fração de volume das partículas dispersas é dada por:

$$f = \frac{4 \pi r^3}{3 N} \quad (14)$$

Onde:

- $N \equiv$  número de partículas
- $r \equiv$  raio das partículas

O tamanho crítico  $D_c$  aumenta com a razão ( $\gamma_s/\gamma_p$ ) quando a orientação dos

grãos grandes diverge da orientação dos grãos da matriz <sup>(29)</sup>.

Quando o tamanho do grão ultrapassa o tamanho crítico  $D_c$ , o potencial termodinâmico para recristalização  $\Delta F$  é dado por:

$$\Delta F = 2 \left( \frac{\gamma_p}{d} - \frac{3}{8} \gamma_s \frac{f}{r} \right) \quad (15)$$

O primeiro termo acima é a energia do potencial termodinâmico do contorno de grão, que é inversamente proporcional ao tamanho de grão da matriz e o segundo termo refere-se à força contrária ao movimento do grão que está crescendo. Esta força para a inibição do crescimento do grão refere-se a fase dispersa e pela segregação de impurezas no contorno de grãos <sup>(6)</sup>.

Apesar de muitos avanços tecnológicos do ferro silício de grão orientado, o mecanismo básico do desenvolvimento da textura  $\{011\} \langle 001 \rangle$  não está bem esclarecido. Aceitam-se as seguintes explicações, seguindo-se a sequência de obtenção do Fe-Si-GO.

- Presença de uma componente menor da textura  $\{011\} \langle 100 \rangle$  na matriz da recristalização primária para servir como núcleo para a recristalização secundária.
- Os contornos de grão de orientação  $\{011\} \langle 100 \rangle$  possuem, em média, uma maior mobilidade que os contornos dos outros grãos de diferentes componentes na estrutura da matriz.
- A nucleação na recristalização primária produziria grãos grandes de orientação  $\{011\} \langle 100 \rangle$  que cresceriam seletivamente às custas dos outros. Os grãos orientados  $\{011\} \langle 100 \rangle$  ficam mais deformados que os outros durante a laminação a frio, portanto eles se recristalizam primeiro,

reassumindo a orientação original  $\{011\} \langle 100 \rangle$  e então, como possuem baixa energia consumiriam os vizinhos de alta energia.

- Os grãos secundários aparecem quando, durante o crescimento de dois grãos de orientação próxima, se tornam adjacentes então, como um único grão grande, cresce às custas de seus vizinhos menores <sup>(43)</sup>.

A Figura 11 mostra os grãos A e B com orientação quase idêntica que se encontram graças ao desaparecimento do grão C. O contorno ab é um contorno de baixo ângulo ou sub-contorno.

No recozimento para a recristalização secundária, as colônias de grãos com orientação de Goss da recristalização primária na proximidade da superfície da amostra apresentam crescimento preferencial, que é acompanhado pelo crescimento competitivo de grandes grãos primários de Goss com contorno de baixo ângulo. Estas colônias (núcleos secundários), consomem outros grãos primários e crescem tornando-se um grão secundário grande (3 a 8mm). A Figura 12 ilustra a sequencia de nucleação e crescimento preferencial dos grãos secundários <sup>(44)</sup>.

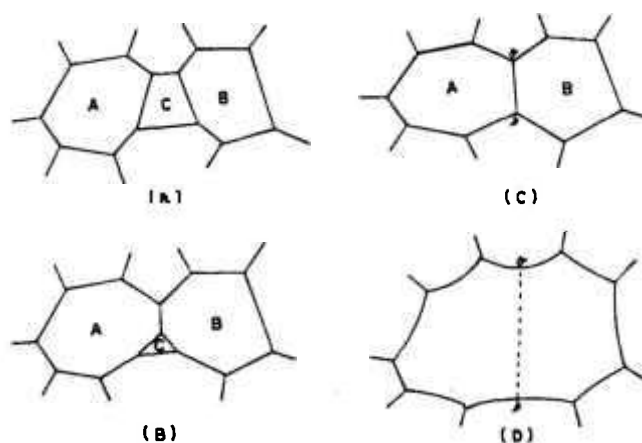


Figura 11 - Coalescimento geométrico de grãos para um material fortemente texturado.

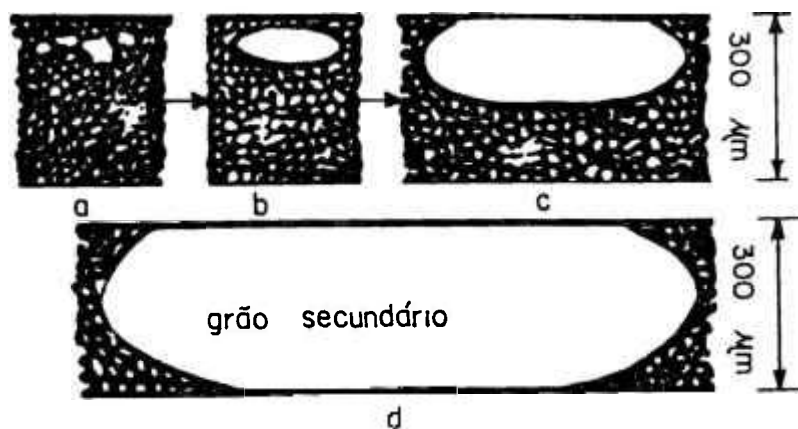


Figura 12 - Diagrama esquemático de nucleação de crescimento preferencial dos grãos secundários de Goss.

Um grande número de trabalhos fundamentais sobre a origem da textura de Goss foram publicados, estes mostram que os parâmetros metalúrgicos precisam ser bem estabelecidos nos estágios iniciais da produção porque terão grande influência na textura final <sup>(44)</sup>.

## II.9. PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

As propriedades magnéticas para os aços elétricos são: elevada indução magnética e perdas magnéticas reduzidas. Portanto, a chapa magnética ideal para

aplicações eletromagnéticas é aquela que pode ser magnetizada no mais alto nível possível por meio de um campo baixo e que tenha poucas perdas magnéticas totais. Assim, estudos são feitos no sentido de se pesquisar os fenômenos magnéticos envolvidos no material Fe-3%Si <sup>(45)</sup>. Como materiais ferromagnéticos apresentam fortes efeitos magnéticos, a permeabilidade destes materiais não é constante, mas é função do campo aplicado e do estado magnético anterior do material <sup>(45)</sup>.

No cristal de ferro de estrutura (CCC) a direção de fácil magnetização é [100], a direção de média magnetização é a diagonal da face do cubo, Figura 13. Energeticamente é mais fácil magnetizar uma amostra monocristalina de ferro puro na direção de fácil magnetização. Assim os domínios são obrigados a ter sua direção paralela à direção de fácil magnetização <sup>(46)</sup>.

As chapas magnéticas de grão orientado possuem, teoricamente, o retículo cristalino disposto de tal forma que cada um represente uma direção de fácil magnetização (uma aresta do cubo), que está paralela à direção de fácil magnetização. Esta disposição é vantajosa quanto às perdas magnéticas porque com um campo magnético pequeno tem-se grande permeabilidade magnética na direção de fácil magnetização, que é paralela à direção de laminação <sup>(46)</sup>.

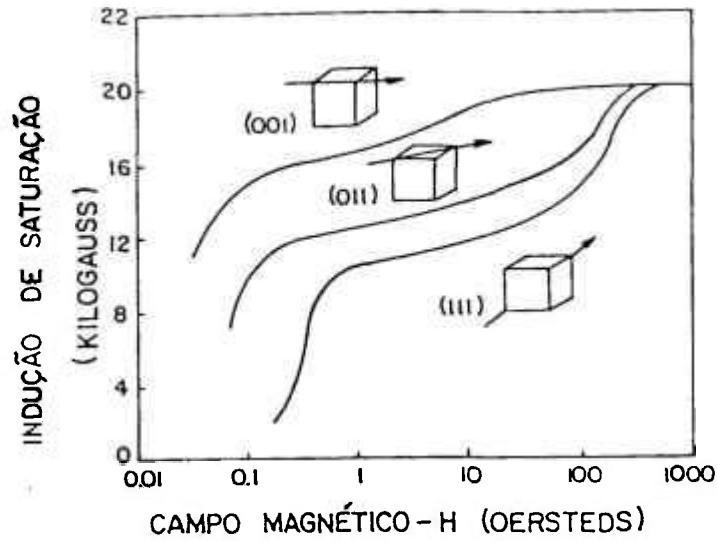


Figura 13 - Efeito da direção cristalográfica na magnetização do Fe-3%Si.

No material ferromagnético desmagnetizado, as direções de magnetização são distribuídas de modo a ter a configuração de mínima energia, Figura 14a. Quando a força de magnetização é aplicada, os contornos dos domínios movem-se de tal forma que os domínios com orientação favorável em relação ao campo aplicado crescem às custas dos outros; há movimento de parede. Nesta região tem-se alta permeabilidade com baixas induções simultaneamente com uma baixa perda por histerese que é resultado do alto grau de reversão da mobilidade da parede dos domínios. Aumentando-se o campo, aumenta o número de domínios com orientação não favorável e há rotação irreversível destes domínios para novas direções paralelas à direção de rede de fácil magnetização, como é necessário para um cristal anisotrópico. Neste momento, o movimento das paredes torna-se irreversível devido aos obstáculos que as mesmas encontram em seu movimento (inclusões, defeitos na rede cristalina, discordâncias, etc.). Quanto maior o fluxo, maior é a energia necessária para rotacionar a direção do domínio magnético na

direção de magnetização do cristal <sup>(47)</sup>.

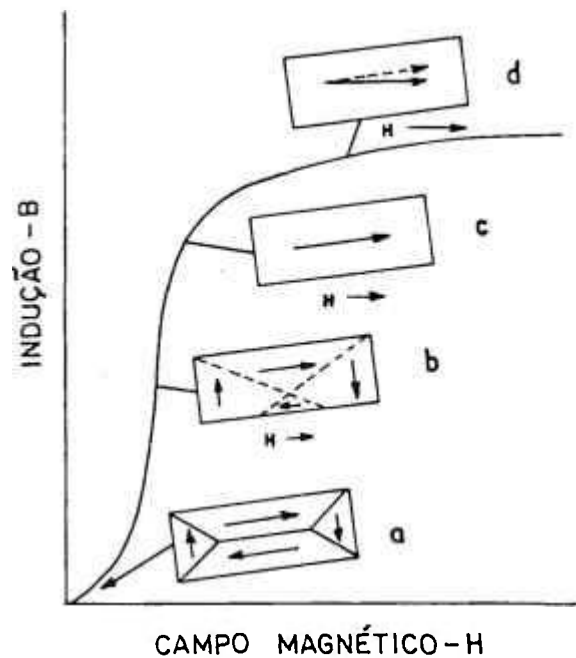


Figura 14 - Variação da estrutura dos domínios durante a magnetização. (a) não magnetizado, (b) contornos em movimento, (c) domínios não orientados são eliminados, (d) rotação do domínio magnetizador.

### II.9.1. Fatores Importantes que Afetam as Propriedades Magnéticas

Nos materiais ferromagnéticos tem-se propriedades que dependem das constantes físicas (intrínsecas) e fatores que afetam a perda no núcleo.

#### II.9.1.1. Propriedades Intrínsecas

As constantes físicas de importância para os materiais magneticamente

moles são:

1. Magnetização de saturação ( $I_s$  - saturação intrínseca)
2. Temperatura Curie ( $\theta$ )
3. Magnetoestricção.  $\Delta l/l$  ou  $\lambda$
4. Anisotropia magnetocristalina ( $K_1$  e  $K_2$ )
5. Resistividade elétrica  $\rho$
6. Saturação magnética  $(B-H)_s = 4\pi I_s$

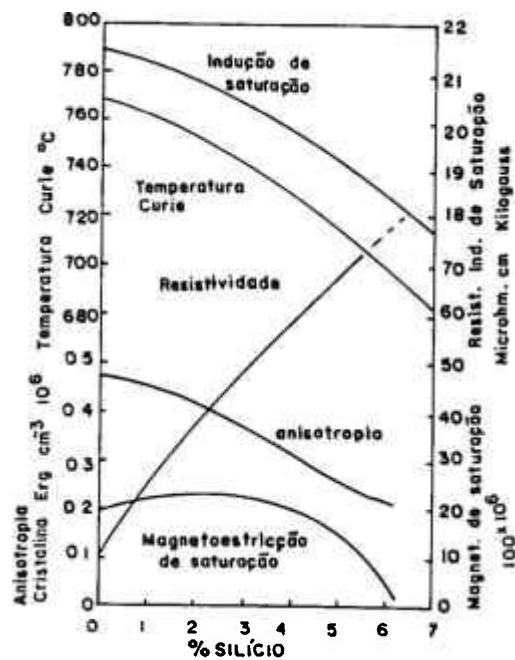


Figura 15 - Variação das propriedades fundamentais do ferro-silício com a composição da liga a 293 K <sup>(48)</sup>.

As propriedades físicas fundamentais das ligas de aço silício são mostradas na Figura 15 em função do teor de silício a 293 K. O teor de silício nos materiais comerciais melhora as propriedades ferromagnéticas por meio do aumento da

permeabilidade magnética e da diminuição das perdas por corrente parasita e por histerese. Estas mudanças são decorrentes da resistividade crescente e da magnetoestricção decrescente com o aumento do teor do silício <sup>(47)</sup>. Pode-se ainda observar que o aumento do teor do silício, facilita a obtenção do estado de saturação, diminuindo assim a anisotropia magnetocristalina que facilitará a mobilidade dos momentos magnéticos que se posicionarão em uma configuração de menor energia. A adição do silício diminui a temperatura de estabilidade das fases (CCC), isto permite que o aço seja tratado termicamente, facilitando o processo de recristalização do mesmo <sup>(48)</sup>.

### **II.9.1.2. Fatores que Afetam a Perda no Núcleo**

O processo de magnetização é afetado pelos seguintes fatores: impurezas (solúveis e não solúveis), orientação de grão, tamanho de grão e deformação. Pode-se ainda considerar os fatores externos que afetam a magnetização: espessura da amostra, temperatura, sollicitação mecânica. Podem também ser afetados a configuração do domínio e o comportamento durante a magnetização <sup>(47)</sup>.

A impureza presente em um cristal poderá perturbar a rede cristalina, mesmo que esta tenha dimensões reduzidas. O volume perturbado é muito extenso e a impureza constitui um obstáculo para a livre movimentação das paredes do domínio magnético. As concentrações de elementos como C, N, S e O, também são prejudiciais, entretanto, é necessário considerar seu tamanho, sua posição na rede e sua forma <sup>(48)</sup>. As impurezas influenciam na magnetização de diferentes maneiras, dependendo de como são encontradas na rede cristalina <sup>(47)</sup>.

O processo de reversibilidade de rotação do domínio é minimizado para material de grão orientado porque as direções de fácil magnetização tendem a ficar paralelas ao campo aplicado. Para materiais com textura cubo, há tendências para uma simples rotação do domínio pois a direção [001] procura ficar no plano da lâmina.

## II.10. ENSAIO DE COMPRESSÃO

Testes de compressão são aplicados em pesquisas de engenharia que requerem estudo de estruturas, de dimensões desde suspensão de pontes até lâminas finas para asas de avião. Além disso, o processo de conformação mecânica envolve grandes deformações. A análise do comportamento microestrutural ou da conformação de metais requer o conhecimento das propriedades tensão-deformação na compressão <sup>(49)</sup>.

O ensaio de compressão é aquele no qual se realiza a compressão de um pequeno cilindro metálico entre duas matrizes planas. Tal ensaio visa obter uma indicação sobre propriedades físicas dos metais. O ensaio de compressão é dependente do contato matriz-peça. Será feito um breve estudo sobre as duas situações, na ausência e na presença de atrito matriz-metal.

No ensaio de compressão, na ausência de atrito, considera-se que um cilindro metálico está sem tensões de atrito, isto é, como mostra a Figura 16. A peça se deforma homoganeamente para os lados; as geratrizes do cilindro, após a deformação, ainda mantêm-se perpendiculares às matrizes. Pode ser ainda notado que a distribuição de pressão ao longo da seção longitudinal da peça é homogênea. A carga necessária para deformar homoganeamente uma determinada área longitudinal é <sup>(50)</sup>:

$$P = \int S dx \quad (16)$$

onde:

P = carga necessária para a deformação.

S = pressão vertical para deformação de elementos de área longitudinal.

dx = elemento de dimensão longitudinal da peça em contato com a matriz.

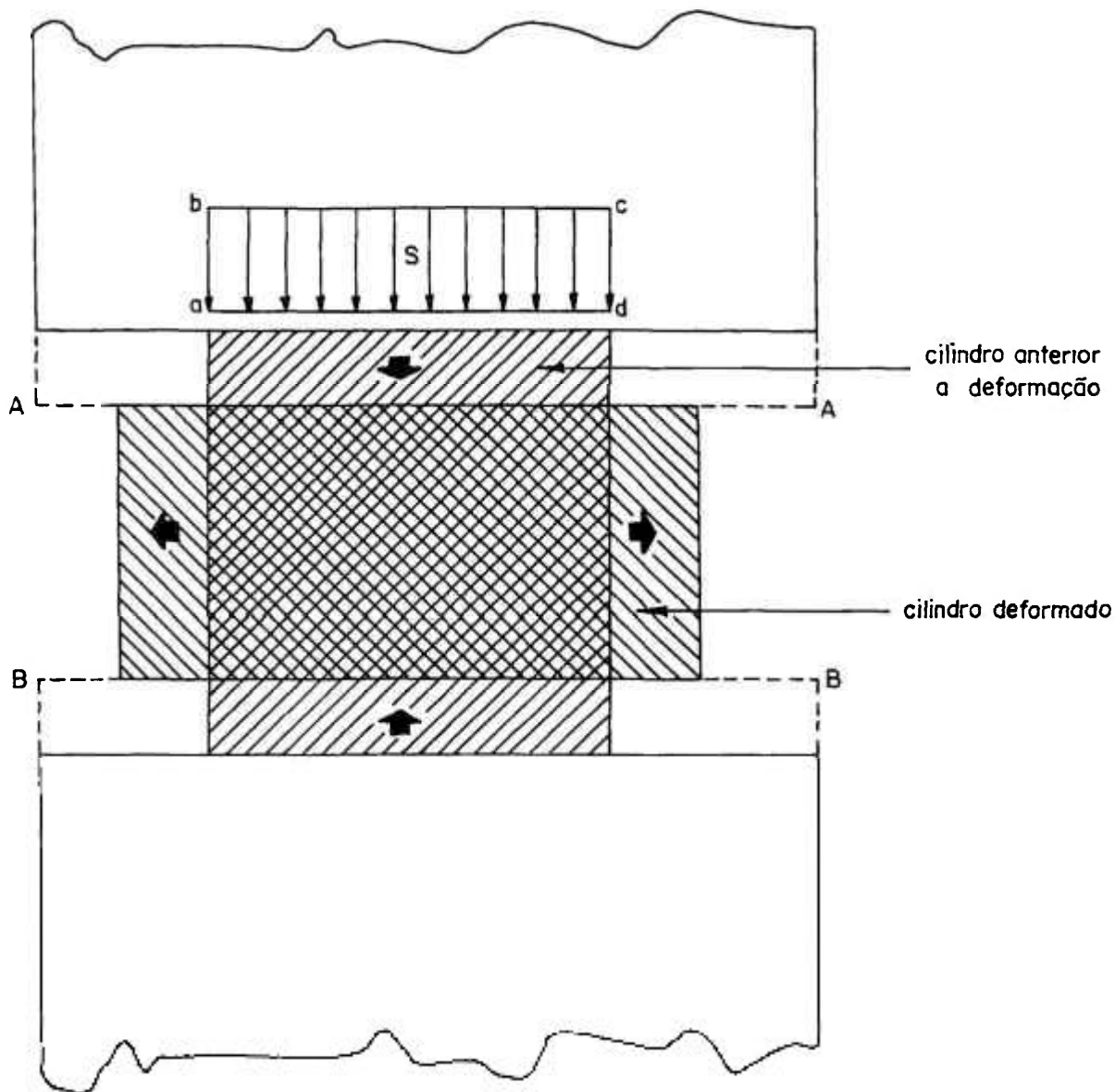


Figura 16 - Ensaio de compressão na ausência de tensões de atrito.

A área do retângulo abcd, da Figura 16, é a representação geométrica da carga para deformação homogênea da área longitudinal na peça mostrada.

Um segundo caso, consiste na deformação do metal por compressão na presença de tensões de atrito.

A Figura 17 mostra uma peça sob estas condições, observa-se que nesta houve flambagem nas bordas livres. Neste caso, o efeito das tensões de atrito, que atuam nas superfícies, penetra até o interior do metal imediatamente em contato com as faces da matriz, e esta camada afetada, por sua vez, influencia no movimento de outras camadas adjacentes inferiores. Nota-se que esta restrição torna-se cada vez menor à medida que aumenta a distância das superfícies, convergindo, então, para um ponto do plano central da peça. Chama-se zonas de fluxo restringido, as zonas do material nas quais esta restrição é válida, ou que estejam sujeitas a ela. Estas zonas têm a forma aproximada de um cone e funcionam como se fossem matrizes falsas; desta forma, a flambagem do cilindro no ensaio de compressão é produzida pela maior mobilidade do material externo às zonas e sendo deformado por ela. As dimensões das zonas de fluxo restringido são afetadas pelas condições metal-matriz. Sabe-se que quanto maior for o atrito, maior serão estas zonas.

Observa-se na Figura 17 que a distribuição da pressão vertical  $S$  não é constante ao longo da secção longitudinal, mas sim um valor crescente desde as bordas até o centro da peça. Esta distribuição é uma característica do ensaio de compressão e é comumente denominada colina de fricção. Esta denominação provém do fato principal de que o atrito é o agente principal do aparecimento do pico na curva de distribuição da pressão vertical. O ponto onde a curva atinge seu valor máximo corresponde àquele em que as zonas de fluxo restringido se interpenetram. Esse ponto está associado à linha de maior restrição ao movimento do material, em uma secção longitudinal da peça, devido à maior proximidade (ou interpenetração das zonas de fluxo restringido).

O cálculo da carga necessária para deformação de uma secção longitudinal da peça em um ensaio de compressão, na presença de tensões de atrito, é dado pela equação 16, que na Figura 17 é representada pela área sob a curva abcde.

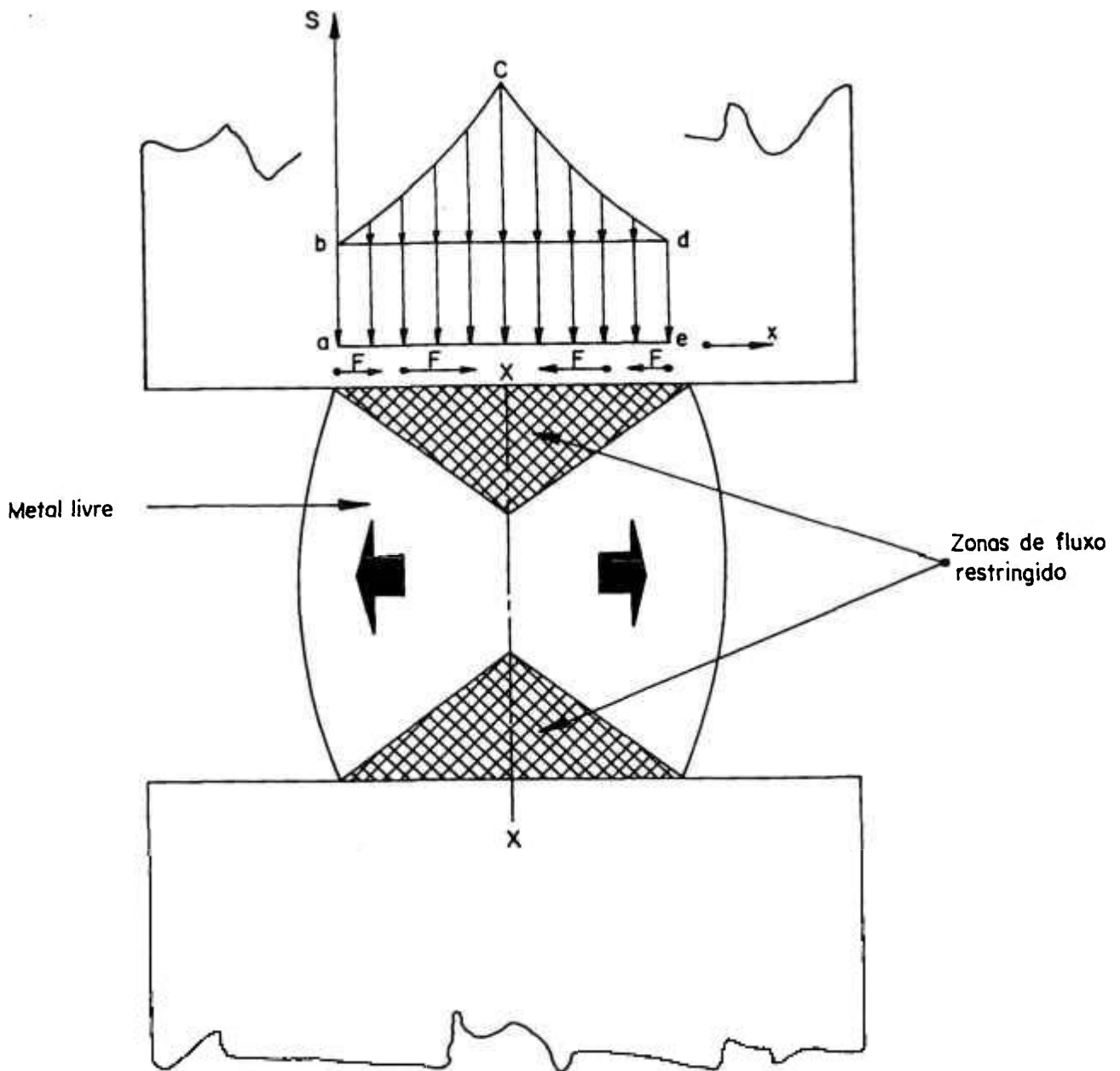


Figura 17 - Ensaio de compressão na presença de forças de atrito.

Foi feito uma simulação por computador de um teste de compressão com 50% de redução na altura, como mostra a Figura 18. O segmento compreendido

entre os pontos AA que estava originalmente localizado na superfície lateral da amostra não deformada, passou a pertencer à superfície deformada. Essa ação tem grande influência na subsequente distribuição de tensão-deformação e pode ser um critério para uma melhor solução analítica. Esta simulação também mostra a presença de uma região cônica não deformada abaixo e acima da superfície de contato com as faces da matriz vizinhas a esta região. Entre as duas regiões não deformadas tem-se uma camada do material que fica deformada. Finalmente, há uma região no centro da amostra que pode ser inferida por simples comparação de tamanho de áreas na região do cone já que há uma forte deformação na direção axial de compressão, mas também um grande arco de tensão de deformação <sup>(51)</sup>.

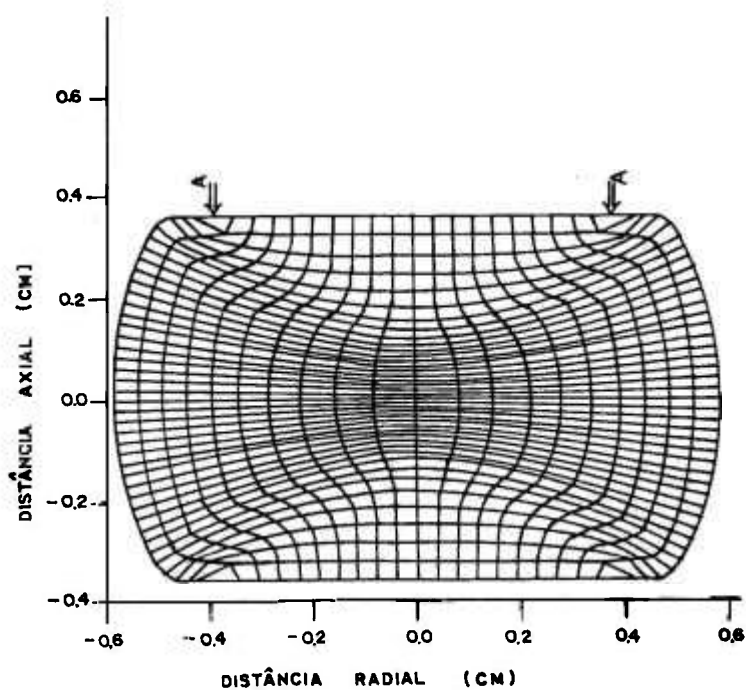


Figura 18 - Simulação de um ensaio de compressão incluindo o efeito de flambagem.

Foi feito um experimento no qual estudou-se a evolução da carga necessária para deformar a peça à medida que esta se reduzia. Um cilindro metálico foi comprimido, como mostra a Figura 19 (partes hachuriadas), entre outros dois cilindros, todos do mesmo material; observa-se que o cilindro de teste deformava-se homoganeamente até que as zonas de fluxo restringido atingissem o plano de separação c. A partir deste momento, o cilindro de teste passa a se abaular, fazendo com que o conjunto dos três cilindros se deformasse como se fosse uma única peça. A evolução da carga necessária para deformar o cilindro de teste durante o processo, é representada na curva do gráfico da Figura 19. Nota-se que, a partir o ponto 3, há uma mudança na curva de deformação homogênea, seguindo uma curva superior devido à presença de atrito. A área hachuriada, no gráfico da Figura 19(5), representa, a energia necessária para vencer as tensões de atrito <sup>(50)</sup>.

Em um ensaio de compressão onde as zonas de fluxo restringido estão presentes, os parâmetros geométricos da peça determinam a proximidade destas zonas. Usa-se o parâmetro geométrico  $h/d$ , isto é, a razão da altura pelo diâmetro da peça. As Figuras 20 e 21 mostram a função que o parâmetro  $h/d$  inicial exerce sobre a carga desenvolvida durante a compressão. Observa-se que quanto menor a relação  $h/d$ , maior a carga de deformação para uma determinada redução. Esta dependência da carga de compressão em relação ao parâmetro  $h/d$  é mostrada através da representação dos corpos de prova (a), (b) e (c), nas Figuras 20 e 21. Nota-se que, para um diâmetro constante, um aumento da altura inicial do cilindro, afasta as zonas de fluxo restringido (Figura 20), isto também acontece se diminuirmos o diâmetro inicial e mantivermos constante a altura (Figura 21). Isto ocorre porque se aumentarmos a distância das zonas de fluxo restringido, aumenta a proporção de metal livre para deformação, conseqüentemente é menor a carga necessária para compressão <sup>(50)</sup>.

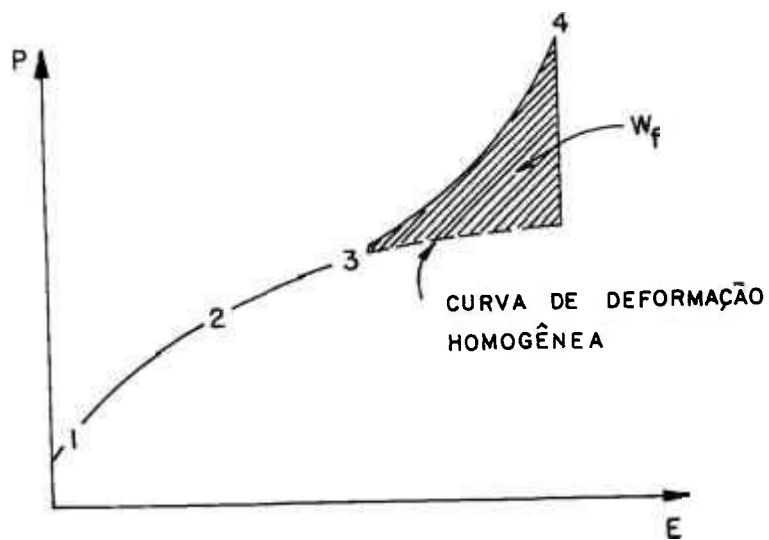
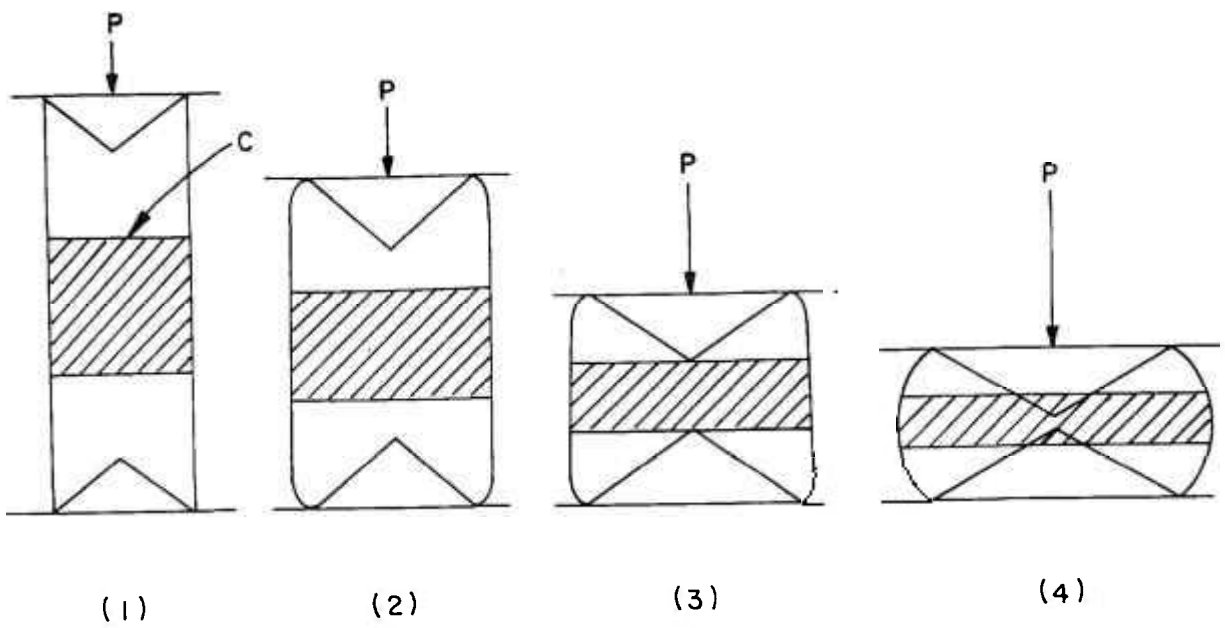


Figura 19 - Influência das zonas de fluxo restringido sobre o desenvolvimento da deformação e da carga, durante o ensaio de compressão.

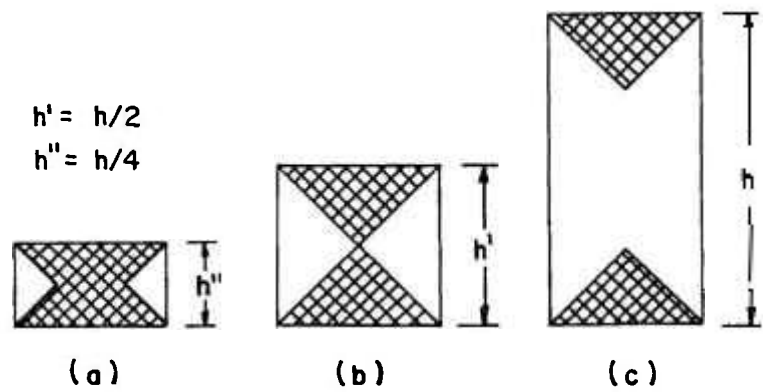
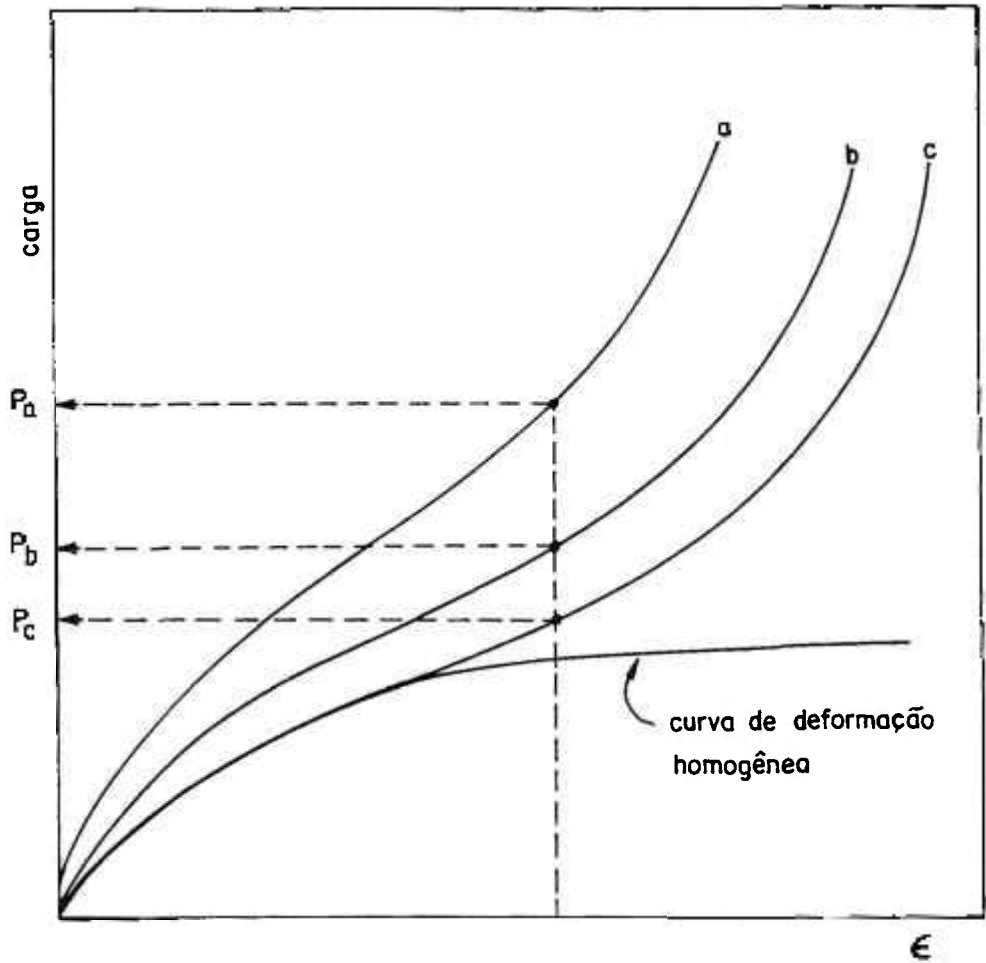


Figura 20 - Influência do aumento da altura inicial do corpo de prova em um ensaio de compressão, no qual as condições de atrito foram mantidas constantes.

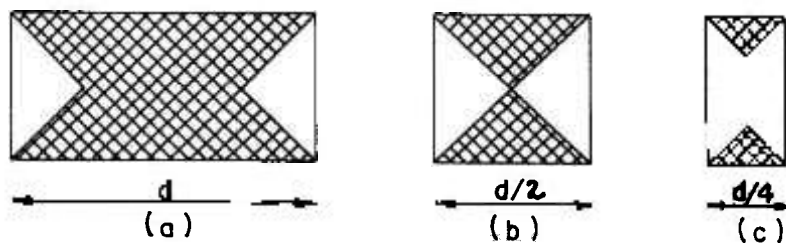
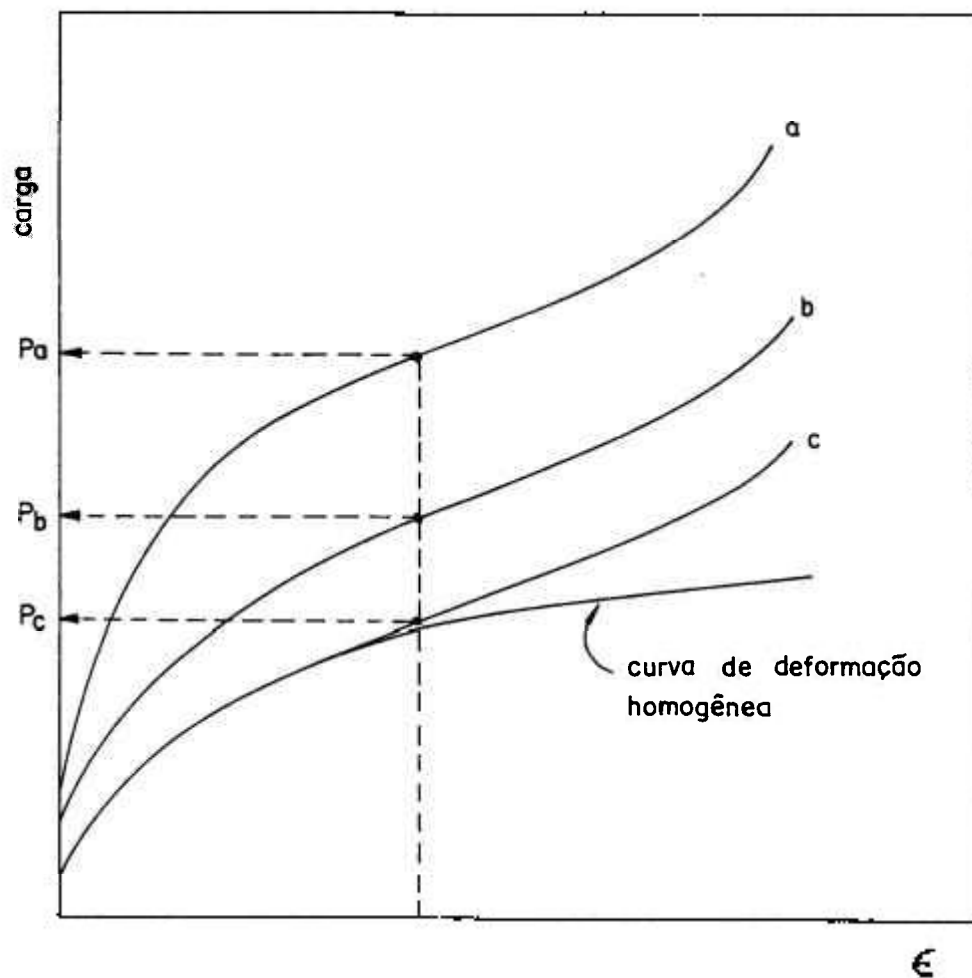


Figura 21 - Influência do decréscimo do diâmetro inicial do corpo de prova em um ensaio de compressão, no qual as condições de atrito foram mantidas constantes.

## II.11. ANALOGIA DO ENSAIO DE COMPRESSÃO COM PROCESSO DE LAMINAÇÃO

O princípio mecânico da laminação consta de um processo compressivo do metal entre rolos de forma a reduzir a altura inicial da peça, desde um plano de entrada até um plano de saída. A Figura 22 mostra que no processo de laminação há uma semelhança na sollicitação com o ensaio de compressão. A diferença básica é que no processo de laminação, a espessura do material é reduzida em diferentes estágios, ao longo do arco de contato. Essa espessura é constantemente decrescida desde o plano de entrada até o plano de saída dos rolos laminadores. O processo de laminação é constituído de infinitos pontos de compressão simples, colocados um ao lado do outro.

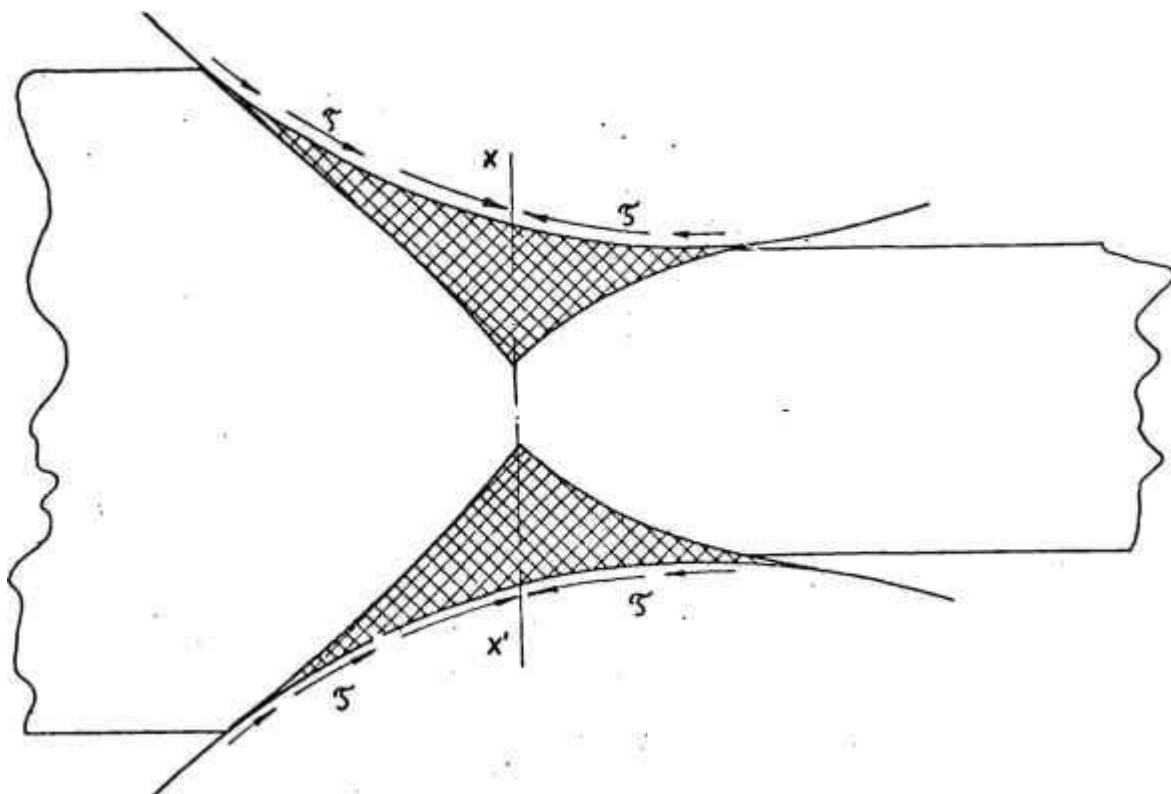


Figura 22 - Comparação entre o processo de laminação e uma compressão simples.

Assim, como no ensaio de compressão, na laminação existirão as tensões de atrito na interface metal-rolos. Estas tensões de atrito atuam na superfície e fazem penetrar seu efeito à camadas adjacentes à superfície, e estas, às outras camadas inferiores do material; da mesma forma que em um ensaio de compressão, as zonas de fluxo restringido aparecem no processo de laminação, mostrando que o metal interno à peça sofre restrição crescente à deformação desde os planos de entrada e saída até um plano (ou região, caso ocorra interpenetração das zonas de fluxo restringido) do material entre rolos. Este plano não coincide necessariamente com o plano mediano entre os planos de entrada e saída, isto porque as tensões de atrito não são necessariamente iguais para os lados de entrada e saída devido à assimetria longitudinal do processo de laminação, estágio de redução à frio <sup>(51)</sup>.

### III. MATERIAIS E MÉTODOS

#### III.1. MATERIAL UTILIZADO

O material utilizado para o estudo foi fornecido por *Aços Especiais - Itabira Acesita* e tem a seguinte composição química ( % em peso), como mostra a Tabela 1.

Tabela 1 - Composição Química do Fe-3%Si (% peso).

Elemento	Peso (%)
Carbono	0,030
Manganês	0,060
Silício	3,12
Fósforo	0,012
Enxofre	0,023
Cromo	0,024
Níquel	0,02
Molibdênio	0,006
Alumínio	0,002
Titânio	0,002
Nitrogênio	0,0028
Ferro	o restante

## **III.2. METODOLOGIA E TRABALHOS REALIZADOS**

### **III.2.1. Ensaio de Laminação a Quente via Laminador Steckel**

Para se pesquisar as propriedades do material laminado a quente, via laminador Steckel, foram feitos estudos sobre a microestrutura do material, aço de grão orientado, a partir de várias amostras de partes diferentes de uma bobina. Foram feitos os seguintes estudos com amostras laminadas:

- a) Estudo da orientação cristalográfica.
- b) Estudo da distribuição de partículas dispersas na matriz ferrítica.

Para o estudo da orientação cristalográfica foi feito desbaste de 200 em 200µm em cada amostra com posterior análise por difração de raios-X.

Para o estudo da distribuição de partículas foram preparadas pela técnica de réplica de extração de precipitados, amostras referentes ao início, à distância de 25, 50% e final da tira, obtendo-se as réplicas correspondentes à superfície da amostra e à região da metade da espessura da amostra, como mostra a Figura 23.

Para a determinação do diâmetro dos precipitados de MnS analisados, foram feitas cópias dos negativos que resultaram em um aumento global de 60.000 vezes. As medidas do diâmetro dos precipitados foram feitas com analisador de imagens Mini-Mop. Esses dados foram tratados com uma planilha de microcomputador, o que permitiu um histograma da distribuição dos precipitados de MnS, das amostras correspondentes ao início da tira, 25, 50% e final da tira (região da superfície e região correspondente à espessura intermediária da amostra).

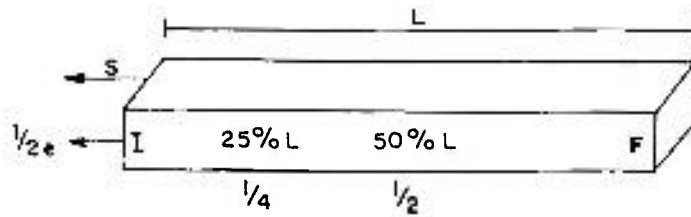


Figura 23 - A tira mostrando as respectivas distâncias referentes às amostras analisadas.

### III.2.2. Estudo da Solubilização e Ensaio de Compressão a Quente

Com intuito de pesquisar as propriedades microestruturais e a cinética de precipitação de partículas, foi feito o estudo da dispersão de partículas de MnS na matriz do aço Fe-3%Si em amostras deformadas por ensaio de compressão a quente com um e dois passes de deformação.

Foi feito o estudo do tamanho de grão (sem tratamento térmico); conforme as especificações em relação a direção de laminação e área a ser observada, como mostra Figura 24.

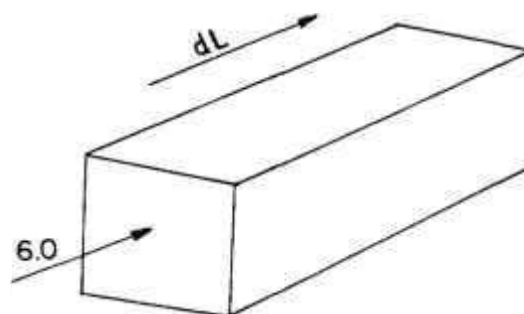


Figura 24 - Especificação da direção de laminação e superfície de observação.

Estes corpos de prova foram preparados da seguinte maneira: uma parte embutida para análise do tamanho de grão na condição sem tratamento térmico, a outra parte foi submetida a tratamento térmico para o estudo da solubilização dos precipitados de MnS.

Foi feito o estudo de solubilização a 1573 e 1623K com 300, 600, 900, 1200 e 1800 segundos de encharque seguido de têmpera, para a análise da dissolução de partículas de MnS na matriz ferrítica, em função do tamanho do grão e da distribuição das partículas. O material de partida tem dimensões 0,015 X 0,015 X 0,020 m<sup>3</sup>. Para o tratamento térmico foi utilizado um forno resistivo tubular de alumina ETIL-TG-Monofásico, de temperatura máxima 1723K (especificação do manual), com atmosfera controlada de argônio.

Os ensaios de compressão a quente, nas amostras de Fe-3%Si, foram realizados no *Laboratório de Propriedades Mecânicas da Escola de Engenharia Metalúrgica da UFMG*, BH.

O ensaio de compressão a quente foi feito em um forno de lâmpadas halógenas de baixa inércia térmica, refrigerado a água. Este equipamento é constituído de quatro lâmpadas de halogênio (potência de funcionamento de 8 kW).

No forno está ligado um termopar de Pt/Pt - Rh que é preso em uma garra na parte superior do pistão que se moverá para fazer o ensaio e a ponta do termopar fica encostada lateralmente no corpo de prova.

Neste forno tem-se um tubo de quartzo que é colocado a aproximadamente 0,10m de altura do corpo de prova. Durante o ensaio, este tubo é abaixado vedando o corpo de prova após injeção de argônio, formando-se uma camada que circunda a amostra. A vedação no tubo de quartzo é feita com lã de vidro. O corpo de prova é recoberto com alumina com a finalidade de se evitar oxidação e para que as garras não fiquem presas ao corpo de prova. Isto é necessário pois há resíduos de oxigênio no tubo. A Figura 25 mostra a fotografia do forno aberto.

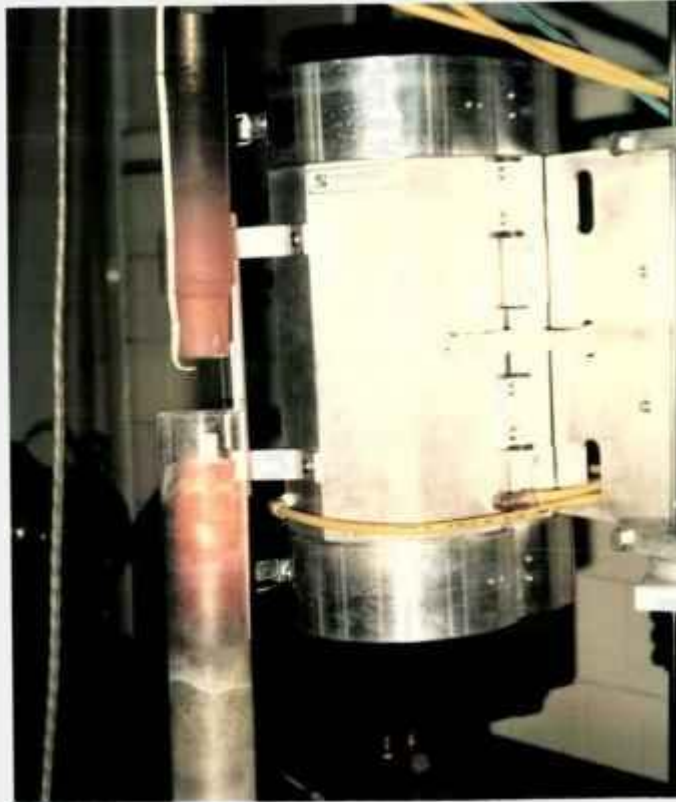


Figura 25 - Forno de luz centralizada utilizado para a realização do ensaio de compressão a quente.

A Figura 26 mostra como foi feito o ensaio de um passe de compressão. O forno atinge a temperatura de 1573K em 600 segundos, a amostra fica nesta temperatura durante 1800 segundos para que haja solubilização completa do MnS na matriz ferrítica. Após este tempo, a temperatura é diminuída a uma taxa de resfriamento de 1,5 K/s até atingir a temperatura de ensaio. A temperatura é estabilizada em 120 segundos e é aplicada a carga para realização do ensaio de compressão; mantém-se constante a temperatura de ensaio durante o tempo de encharque seguido de têmpera.

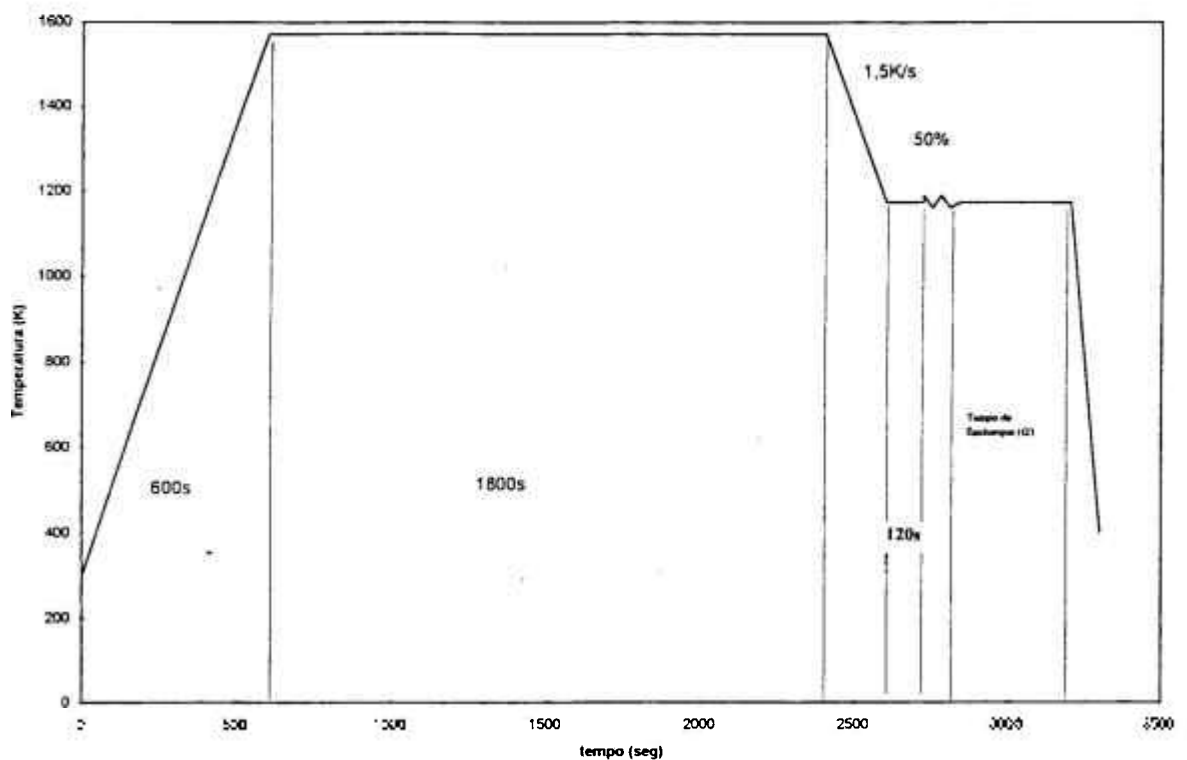


Figura 26 - Evolução da temperatura com o tempo do forno, mostrando esquema de ensaio de compressão a quente para um passe de compressão.

Para o estudo do comportamento de precipitação das partículas de MnS foram feitos, do material de partida, corpos cilíndricos de dimensões 0,015m de altura e 0,010m de diâmetro. O eixo (paralelo ao eixo de compressão) desses corpos de prova cilíndricos é paralela à direção de laminação das placas (material de partida).

Antes de cada ensaio, o corpo de prova é aquecido a 1573K para dissolução das partículas de MnS na matriz ferrítica e posteriormente é levado à temperatura de ensaio de compressão (1173, 1273, 1373 K), após a estabilização da temperatura, é aplicada a carga para o ensaio de compressão; o material é reduzido de 50% da altura, mantém-se constante a temperatura de ensaio durante o tempo de encharque (32, 70, 130 e 470 s) seguido de têmpera, como mostra a

Figura 27.

O corpo de prova após o ensaio de compressão (1 passe) possui as seguintes dimensões: 0,0070 m de altura e 0,012 m de diâmetro.

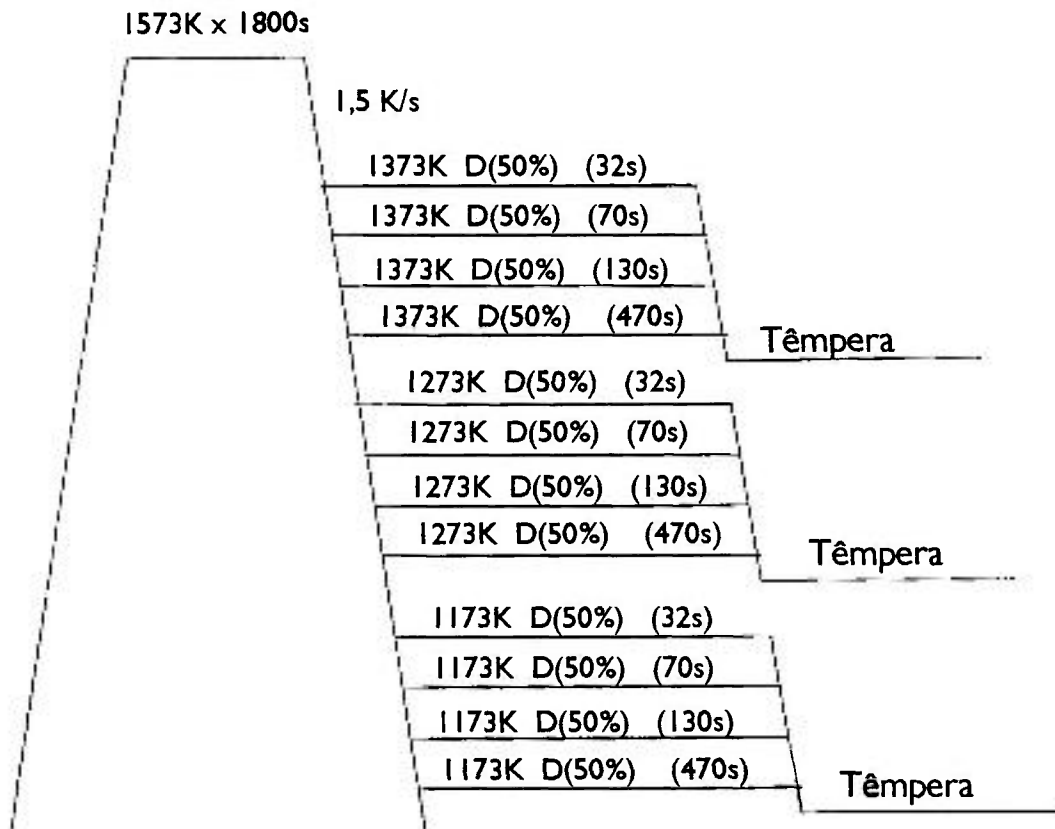


Figura 27 - Esquema de ensaio de deformação por compressão a quente (1 passe).

Para o ensaio com dois passes de compressão, utiliza-se o mesmo roteiro que para um passe, porém, após o primeiro passe de compressão mantém-se

constante a temperatura (1173, 1273, 1373 K) pelo tempo estipulado de 60 segundos com redução de 50% e variando-se o tempo do segundo passe (32, 64 e 340 s) com redução de 30%, como mostra a Figura 28. O corpo de prova após o ensaio de compressão com dois passes possui as seguintes dimensões: 0,005 m de altura e 0,015 m de diâmetro. A Figura 29 mostra os três corpos de prova: sem ensaio de compressão, amostra com um passe de compressão e amostra com dois passes de compressão.

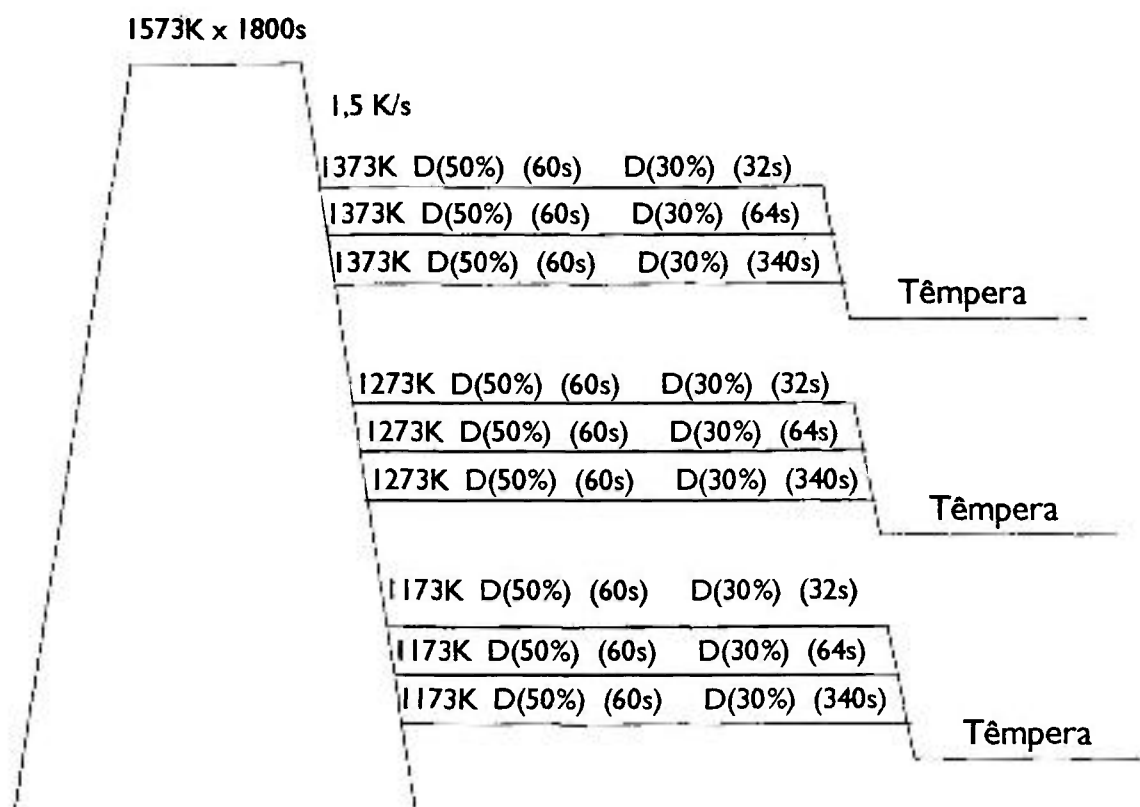


Figura 28 - Equema do ensaio de deformação por compressão a quente (2 passes).



Figura 29 - Corpos de prova - (a) não ensaiado, (b) ensaio de compressão (1 passe), (c) ensaio de compressão (2 passes).

As amostras foram cortadas em duas direções (transversal e longitudinal, em relação à direção do ensaio de compressão) e analisadas em três regiões (transversal, região da superfície ( $a_1$ ) e espessura intermediária ( $a_2$ ) e longitudinal), como mostra a Figura 30 e respectivas micrografias ópticas.

Para o estudo do tamanho dos grãos em amostras tratadas termicamente bem como para as amostras deformadas, utilizou-se o equipamento Quantimet com aumento de 25 vezes. Foi utilizado o método dos interceptos, norma ASTM E112; como os grãos apresentam-se muito grandes, foi utilizado também o método direto de medida de largura e comprimento, utilizando-se o microscópio Leitz Wetzlar MM5, com aumento de 13 vezes.

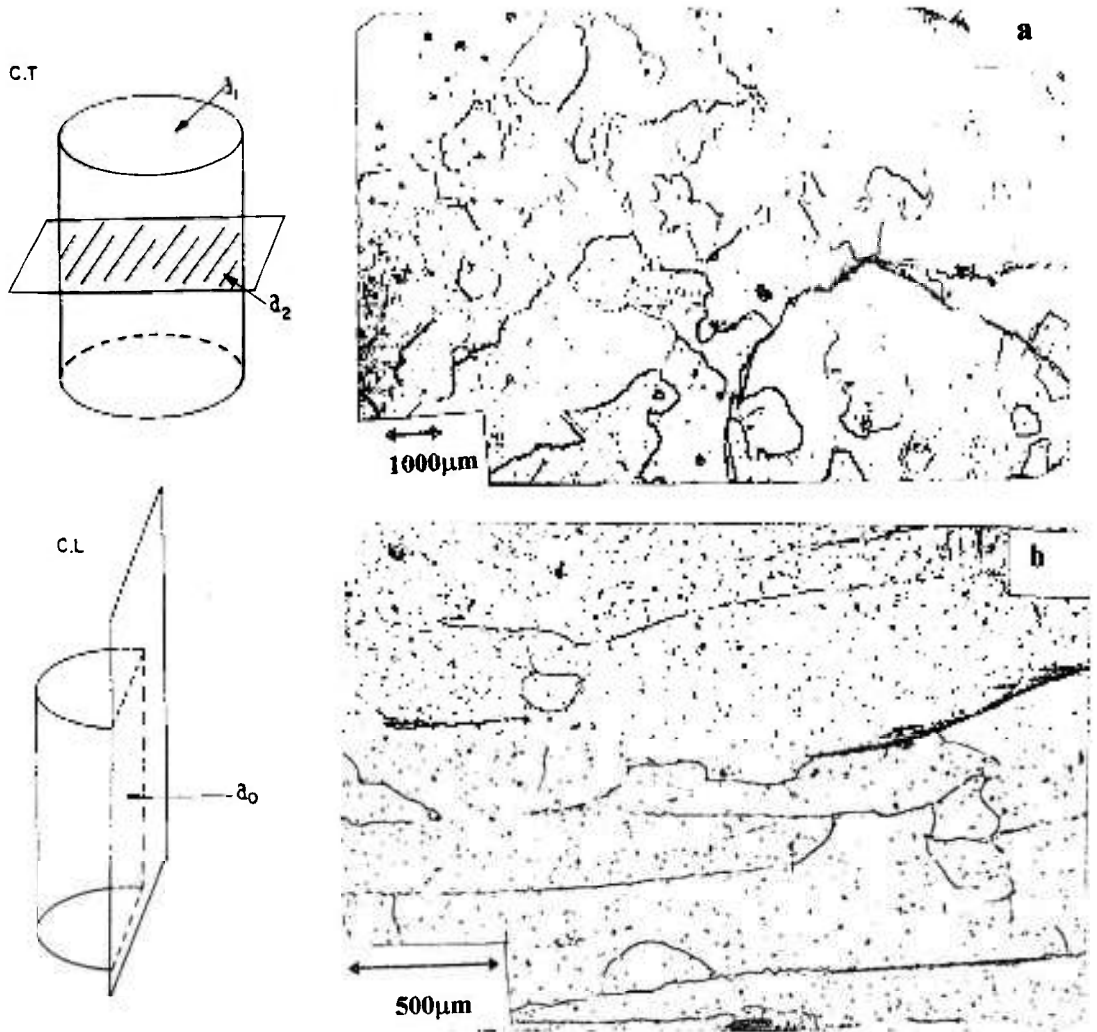


Figura 30 - Esquema do corte longitudinal e transversal da amostra ensaiada por compressão a quente.

O estudo da distribuição de partículas de MnS em amostras tratadas termicamente e amostras deformadas foi feito por microscopia eletrônica de transmissão (JEOL / JEM-200C, IPEN/CNEN e Philips CM - 200, IFUSP), utilizando-se para a preparação de amostras, as técnicas de folhas finas e réplica de extração de precipitados. Para a determinação do diâmetro dos precipitados de MnS foram feitas cópias que resultaram em um aumento global de 60.000 vezes. Para a construção dos gráficos de distribuição foram medidas 600 partículas em cada amostra. As medidas do diâmetro dos precipitados foram feitas com analisador de imagens Mini Mop e Quantimet 600 Leica. Os dados foram tratados

em uma planilha eletrônica para microcomputadores permitindo a construção de histogramas da distribuição dos precipitados de MnS. Os dados foram analisados:

**1. Para 1 passe de compressão**

- 1.a) Dados referentes às amostras com temperaturas de ensaio constante e quatro diferentes tempos de encharque (superfície e região da espessura intermediária da amostra), um passe de deformação.

Temperatura de ensaio (K)	Tempo de encharque (s)
1173	32, 70, 130, 470
1273	32, 70, 130, 470
1373	32, 70, 130, 470

**2. Para 2 passes de compressão**

- 2.a) Dados referentes às amostras com temperatura constante, tempo de encharque do 1º passe constante e variação do tempo de encharque do 2º passe.

Temperatura de ensaio (k)	Tempo de encharque (s) 1 <sup>o</sup> passe	Tempo de encharque (s)
1173	60	23, 59, 338
1273	60	30, 59, 335
1373	60	37, 57, 338

Foi feita microanálise por EDS no MET (EDS) (Philips CM - 200, IFUSP), utilizando-se para a preparação de amostras a técnica de réplica de extração de precipitados, possibilitando a análise química dos referidos precipitados.

### III.3. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Para a análise do tamanho de grão utilizou-se o Microscópio Óptico, após método usual de preparação de amostras em metalografia para metais e ataque químico de Nital 5%.

A medida do tamanho dos grãos foi feita com o Microscópio Óptico Leitz Weitzlar MM5 com aumento de 13 vezes. Foram medidos aproximadamente 12 grãos por amostra, o que possibilita a medida de um tamanho médio de grão; isto se deve ao fato dos grãos apresentarem-se muito grandes, não sendo possível outro método, com maior precisão. Nas amostras que se apresentaram com grãos menores foi utilizado o analisador de imagens Quantimet Neophot 30 - Carl Zeiss Jena, utilizando-se o método dos interceptos com a norma ASTM E 112.

A microscopia eletrônica de transmissão, por permitir a análise de defeitos

e fases internas dos materiais, como discordâncias, falhas de empilhamento e pequenas partículas de outras fases<sup>(34)</sup> foi utilizada para o estudo da distribuição de partículas de MnS na matriz ferrítica do aço Fe-3%Si, utilizando-se, para a preparação de amostras, a técnica de réplica de extração de precipitados e de folhas finas. A técnica de réplica de extração de precipitados é utilizada quando se está interessado na superfície da amostra e para material altamente encruado bem como identificação de precipitados de segunda fase. As duas técnicas são utilizadas principalmente para análise de materiais magnéticos porque eliminam o aspecto magnético das amostras maciças, evitando a interação do campo magnético da amostra com o campo magnético da lente objetiva.

Para a determinação do diâmetro do precipitado de MnS foi utilizado o analisador de imagens Mini-Mop e Quantimet Leica 600. Os analisadores permitem que o usuário escolha adequadamente o número das classes da distribuição, bem como, a largura de cada uma. As medidas dos diâmetros foram tratadas em uma planilha eletrônica através de um programa, permitindo a construção de gráficos de distribuição e densidade das partículas de MnS.

Para se caracterizar a orientação cristalográfica, utilizou-se o difratômetro de Raios-X com molibdênio como fonte de radiação, obtendo-se os picos de intensidade. Esse método foi utilizado pelo fato de os grãos serem grandes e assim sendo, como a área do feixe é de 20 mm<sup>2</sup>, há um bom resultado estatístico. Por meio de fórmulas para cálculos dos índices de Miller, foram encontrados os índices correspondentes aos planos cristalográficos e a devida porcentagem referente ao total de contagens feitas no goniômetro. Estes resultados foram comparados com a micro-ficha da ASTM (JCPDS) para uma liga de ferro na fase ferrítica.

## IV. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### IV.1. ENSAIO DE LAMINAÇÃO A QUENTE

#### V.1.1. Análise da Distribuição e Tamanho de Precipitado

Tabela 2 - Diâmetro Médio das **Partículas** de MnS Observadas em MET em Amostras de Fe-3%Si Laminadas a Quente.

Região de Análise	Localização na Tira (%) do Início	Diâmetro Médio (nm)
Superfície	0	59
	25	60
	50	79
	100	83
Espessura Intermediária	0	31
	25	55
	50	31
	100	24

As Figuras 31 a 34 mostram as micrografias eletrônicas referentes as posições (a) início, (b) 25%, (c) 50% e (d) final da tira (região da superfície e espessura intermediária) e o gráfico da distribuição do tamanho de partículas para as quatro posições analisadas na região da superfície e na região da espessura intermediária.

A análise das micrografias e dos dois gráficos de distribuição bem como da tabela relativa às quatro partes da tira, permitiu constatar que nas regiões da superfície e da espessura intermediária da tira a distribuição do tamanho das partículas é homogênea. O intervalo do diâmetro é de 50 a 100 nm para a região da superfície e de 30 a 80 nm para a espessura intermediária. Constata-se que há diminuição do tamanho das partículas da região da superfície para a região da espessura intermediária. Quanto à densidade, observa-se que esta aumenta da superfície para a região da espessura intermediária. A Figura 35 mostra esquematicamente a variação destes dois parâmetros (densidade e tamanho da partícula).

Estas observações podem ser atribuídas ao efeito do resfriamento da camada superficial da tira em contato com os cilindros da laminação nos últimos passes de desbaste. A camada superficial é resfriada rapidamente quando entra em contato com os cilindros e retoma uma temperatura próxima da inicial após o passe. No desbaste há deformação do material, gerando alta densidade de discordâncias como sítios para nucleação de partículas que pode induzir a um início de precipitação na camada superficial. Quando esta camada retoma a temperatura inicial, os sítios de nucleação formados podem ser redissolvidos total ou parcialmente; os núcleos não dissolvidos crescerão durante o restante do processamento, gerando partículas maiores que as da metade da espessura da amostra.

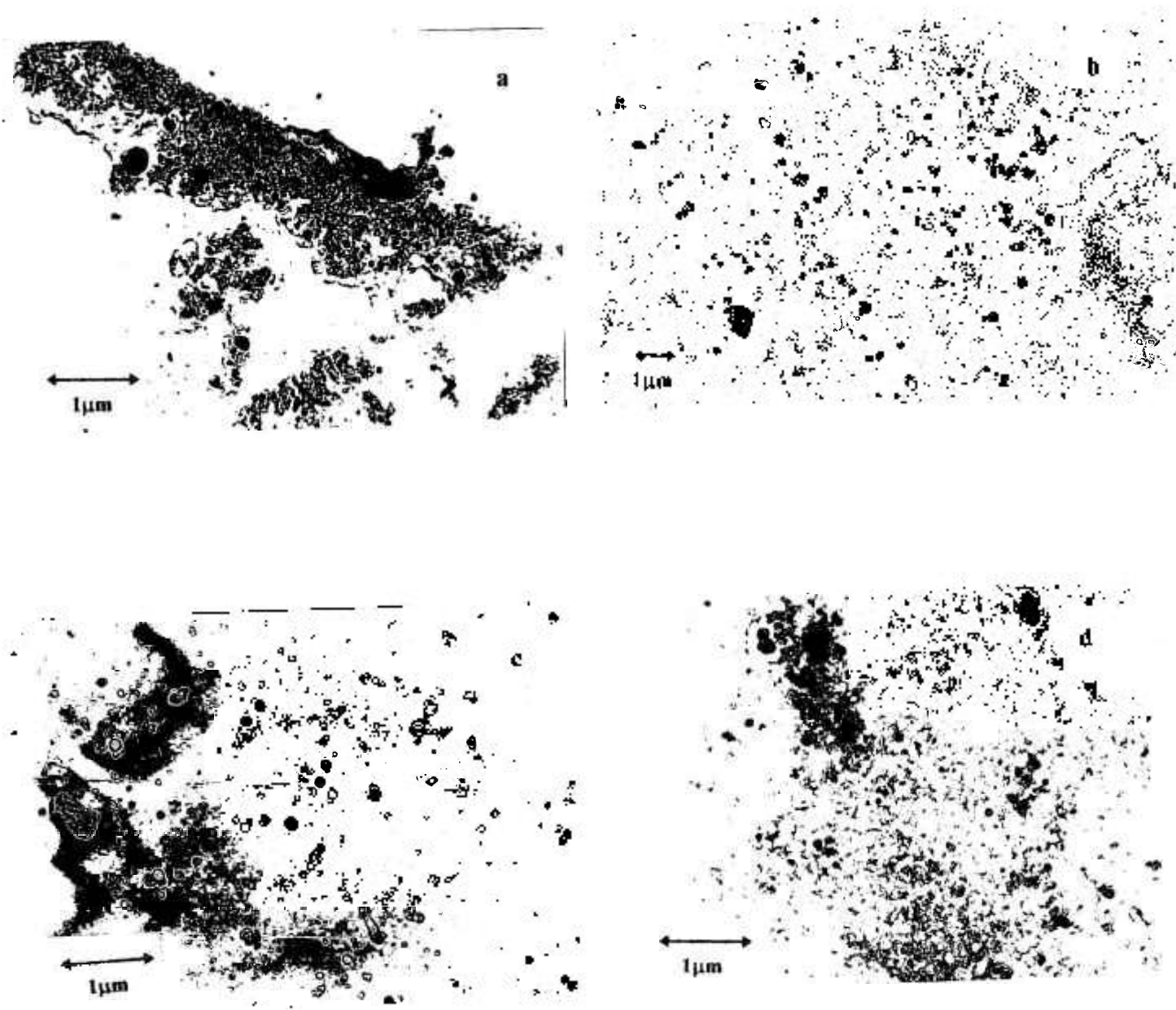


Figura 31 - Micrografia eletrônica de transmissão, preparação de amostra (réplica de extração de precipitados) (a) início, (b) 25%, (c) 50%, (d) final da tira (região da superfície).

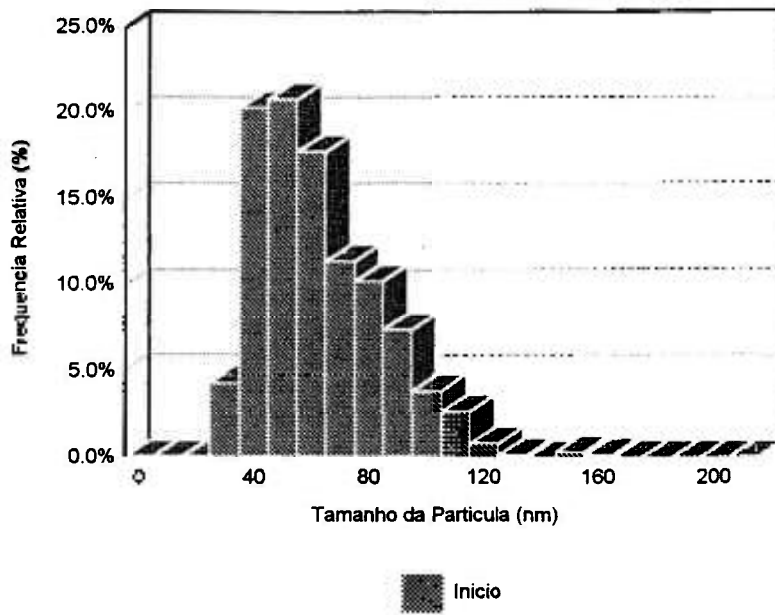


Figura 32(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância do início da tira (região da superfície).

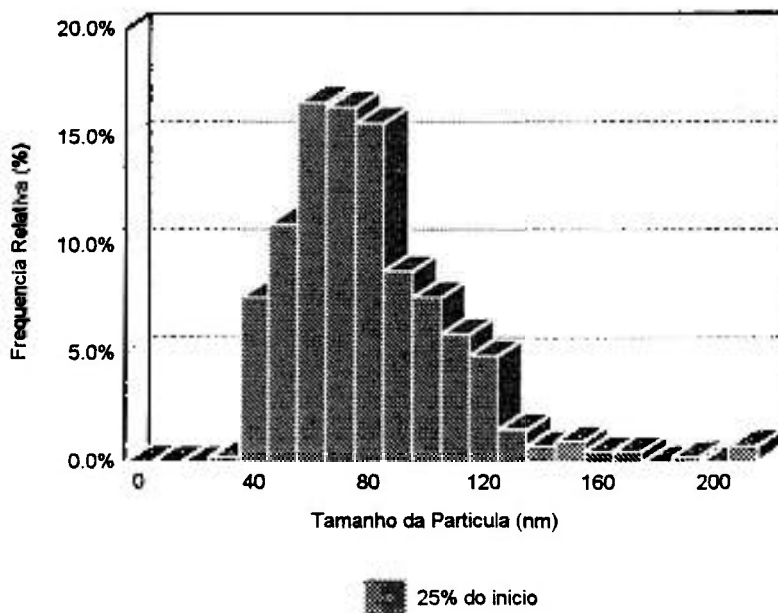


Figura 32(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância de 25% da tira (região da superfície).

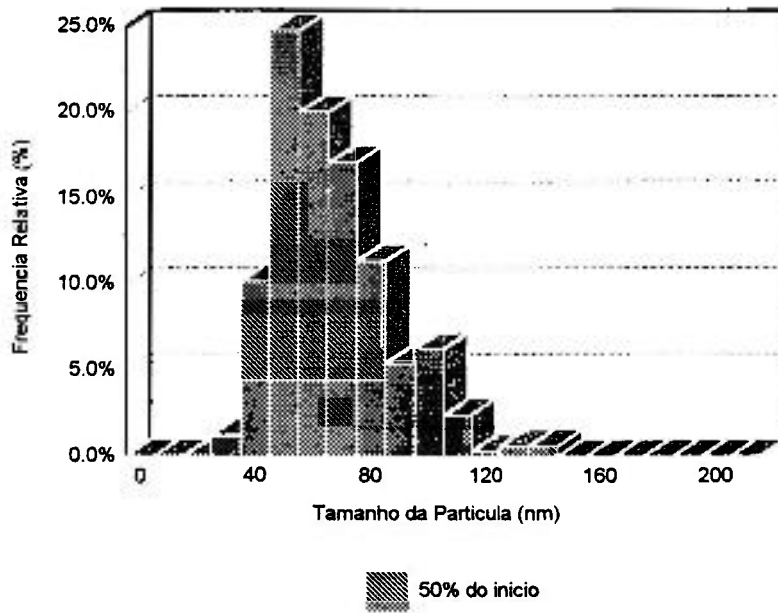


Figura 32(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância de 50% da tira (região da superfície).

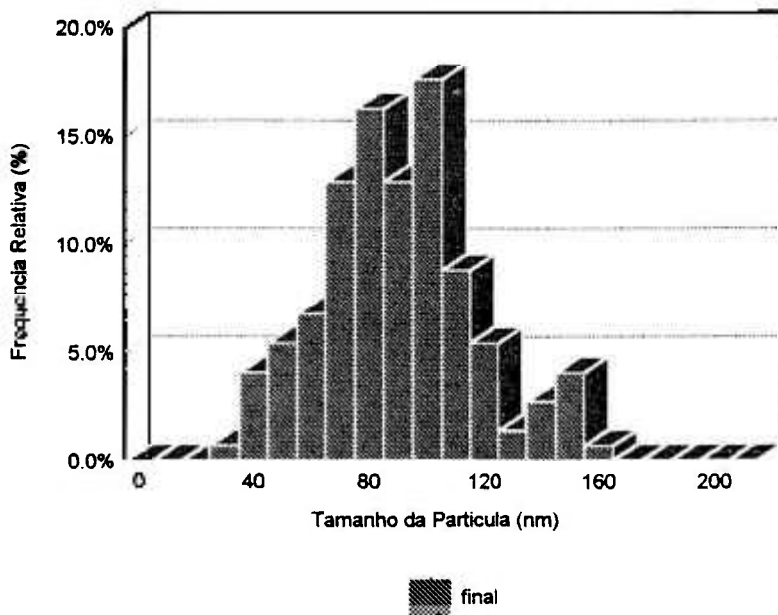


Figura 32(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância do final da tira (região da superfície).

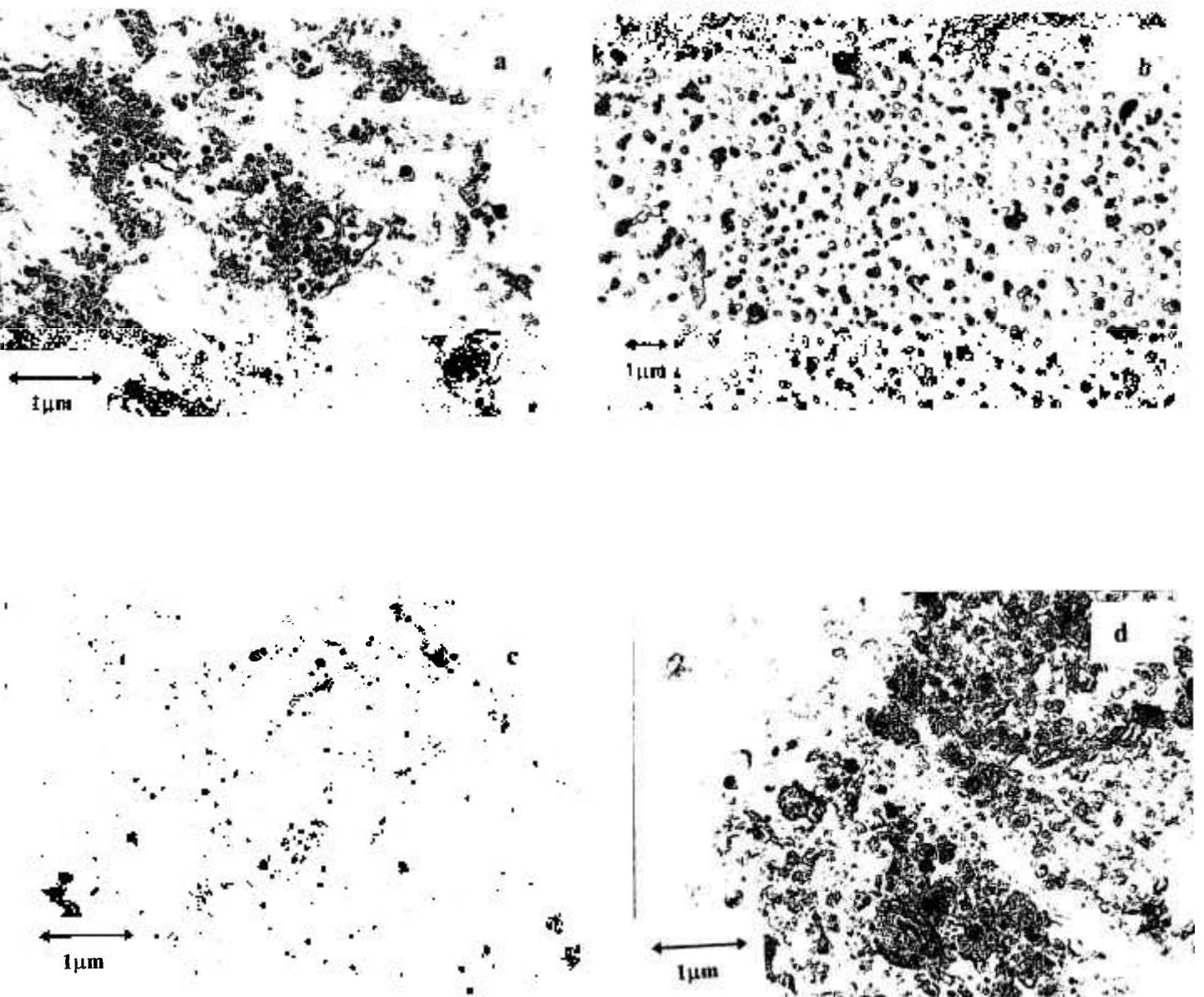


Figura 33 - Micrografia eletrônica de transmissão, preparação de amostra (réplica de extração de precipitados) (a) início, (b) 25%, (c) 50%, (d) final da tira (região da espessura intermediária).

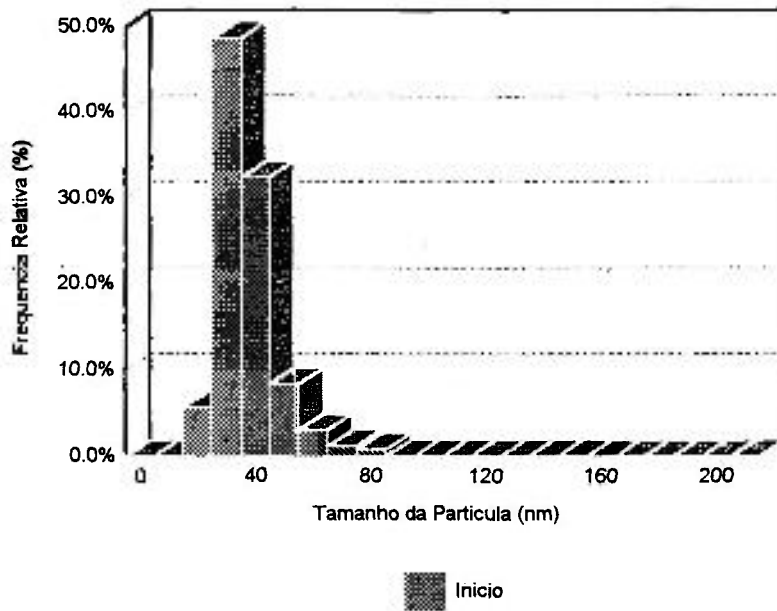


Figura 34(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância do início da tira (região da espessura intermediária).

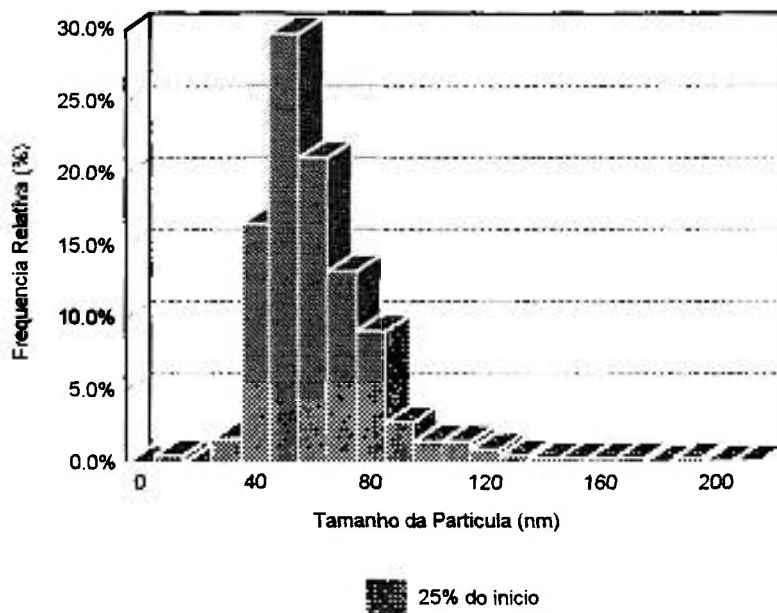


Figura 34(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância de 25% da tira (região da espessura intermediária).

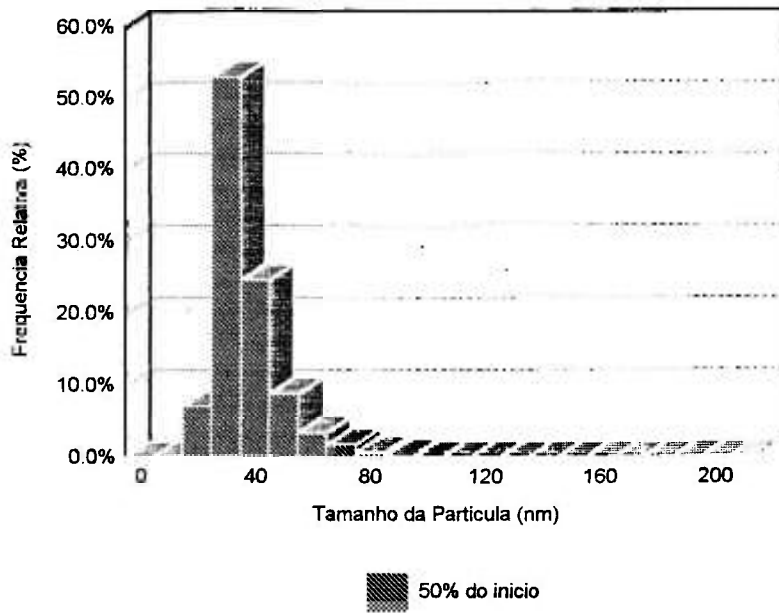


Figura 34(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância de 50% da tira (região da espessura intermediária).

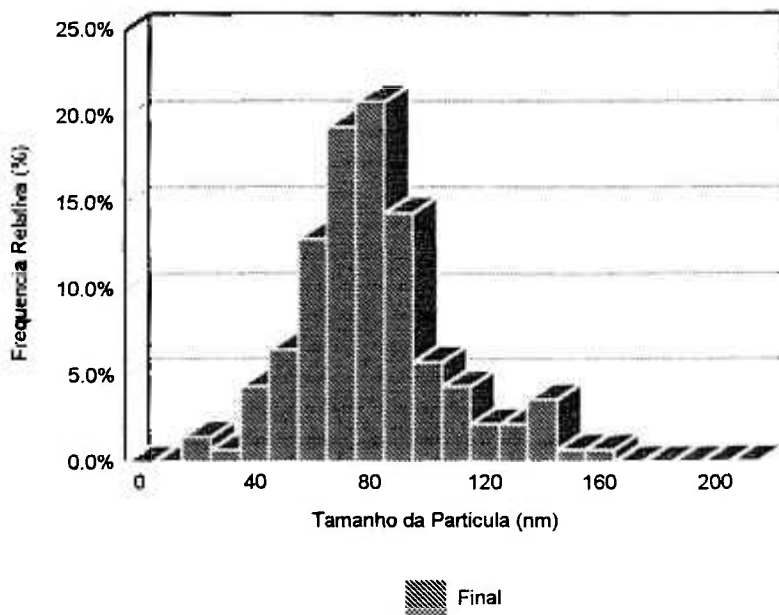


Figura 34(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas da amostra referente à laminação a quente à distância do final da tira (região da espessura intermediária).

Quantidade de Partículas	Região da Amostra	Tamanho da Partícula
menor	Superfície	maior
maior	Espessura intermediária	menor

Figura 35 - Esquema da variação dos dois parâmetros (densidade e tamanho da partícula em função da profundidade da tira).

#### IV.1.2. Análise de Difração de Raios-X

Com a obtenção dos picos de intensidade por meio do goniômetro de raios-X para as amostras correspondentes ao início da tira, às distâncias de 25% e 50% do comprimento e ao final da tira (superfície, com desbaste de 200, 400, 600, 800 e 1000 $\mu$ m) foi possível encontrar a orientação preferencial. Observa-se que todas as amostras na superfície (sem desbaste), apresentam-se preferencialmente com orientação de Goss (110) ou (220) que representam planos paralelos. Para o desbaste de 200 e 400 $\mu$ m, além da orientação de Goss, repete a orientação (200) que é a orientação cubo. Este fato, não se apresenta na amostra correspondente ao final da tira. Para o desbaste de 600 $\mu$ m as amostras apresentam-se preferencialmente orientadas no plano de Goss (110) e no plano (100), inclusive a amostra correspondente ao final da tira. Para o desbaste de 800 $\mu$ m, a orientação que prevaleceu foi (100). Para o desbaste de 1000 $\mu$ m (metade da espessura da amostra), apresenta-se a orientação de Goss (110), cubo (100) e a orientação (211). Este fato, pode ser observado nas Figuras 36, 37, 38, 39, através do fator de comparação feito com a ficha ASTM (JCPDS) da liga Ferro na fase Ferrítica. O que corrobora com a parte experimental que temos maior precipitação de partículas na metade da espessura da amostra, ocorrendo assim um crescimento anormal da textura de Goss.

# Difração de R-X

Início

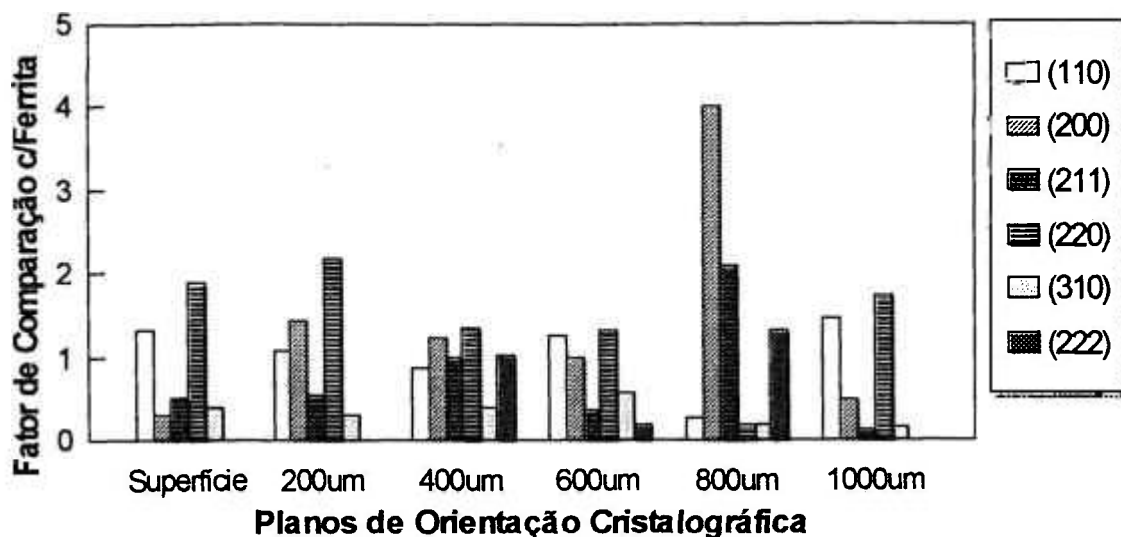


Figura 36 - Planos de orientação cristalográfica da amostra referente ao início da tira (superfície, 200, 400, 600, 800, 1000  $\mu\text{m}$ ).

# Difração de R-X

25% do Início

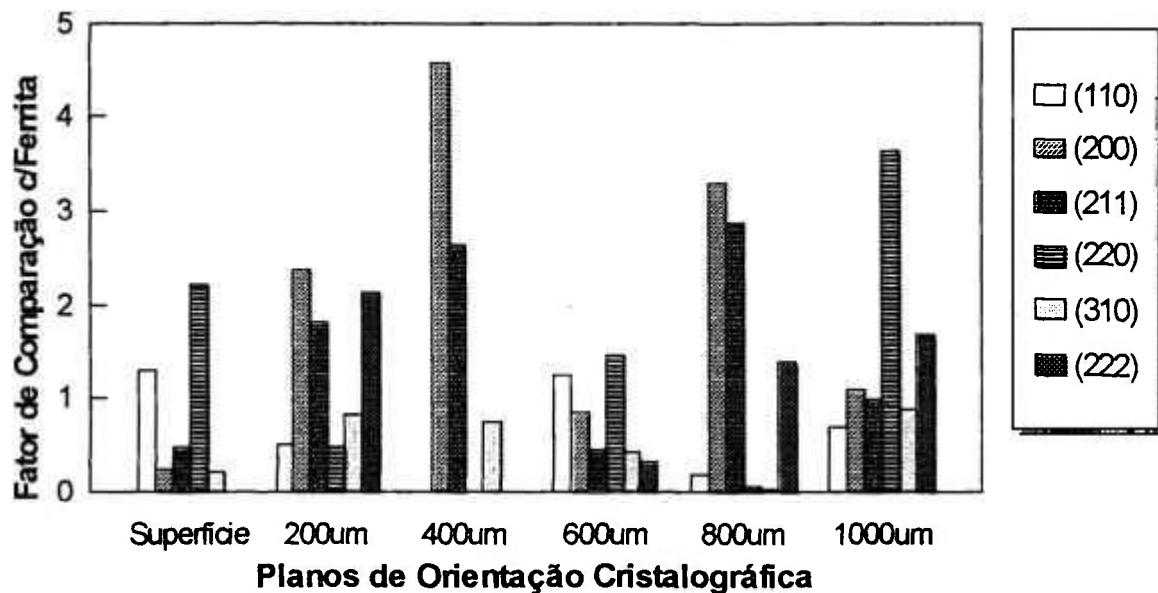


Figura 37 - Planos de orientação cristalográfica da amostra referente a distância de 25% da cabeça da bobina (superfície, 200, 400, 600, 800, 1000  $\mu\text{m}$ ).

## Difração de R-X

50% do Início

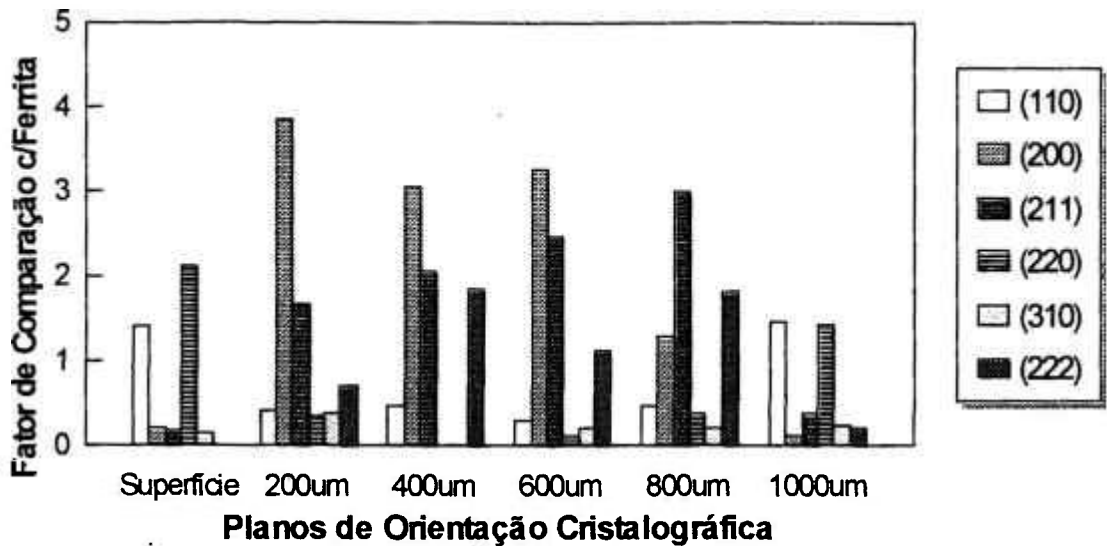


Figura 38 - Planos de orientação cristalográfica da amostra referente a distância de 50% da cabeça da bobina (superfície, 200, 400, 600, 800, 1000  $\mu\text{m}$ ).

## Difração de R-X

Final

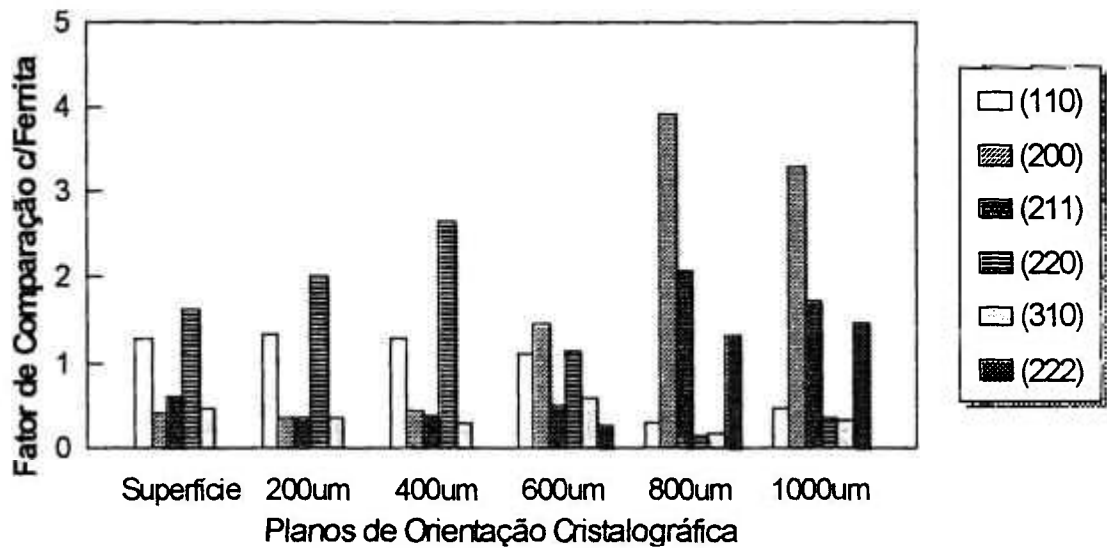


Figura 39 - Planos de orientação cristalográfica da amostra referente ao final da cabeça da bobina (superfície, 200, 400, 600, 800, 1000  $\mu\text{m}$ ).

## IV.2. TRATAMENTO TÉRMICO PARA SOLUBILIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE MnS

### IV.2.1. Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Transmissão

A Tabela 3 mostra o tamanho médio do diâmetro do grão na amostra sem tratamento térmico e com as amostras tratadas termicamente a 1573 K.

Tabela 3 - Diâmetro Médio de **Grão** por Microscopia Óptica de Amostras Solubilizadas de Fe-3% Si.

Temperatura (K)	Tempo de encharque (s)	Diâmetro Médio ( $\mu\text{m}$ )
Ambiente (sem tratamento térmico)	-	333
1573	300	431
	600	602
	900	745
	1200	761
	1800	2184

A Figura 40, mostra micrografias ópticas referentes a amostras tratadas termicamente a 1573K por 300 e 1800 segundos. Observando-se a Tabela 3 e as micrografias ópticas, nota-se que há aumento do diâmetro médio do grão para tempos crescentes de encharque.

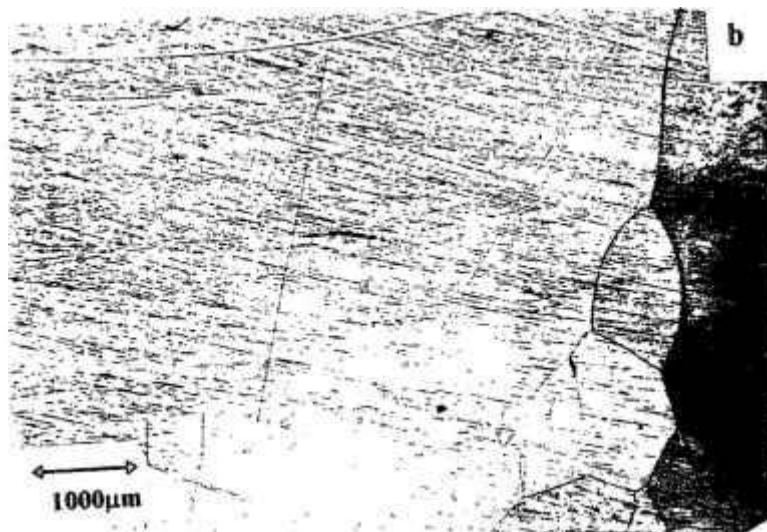
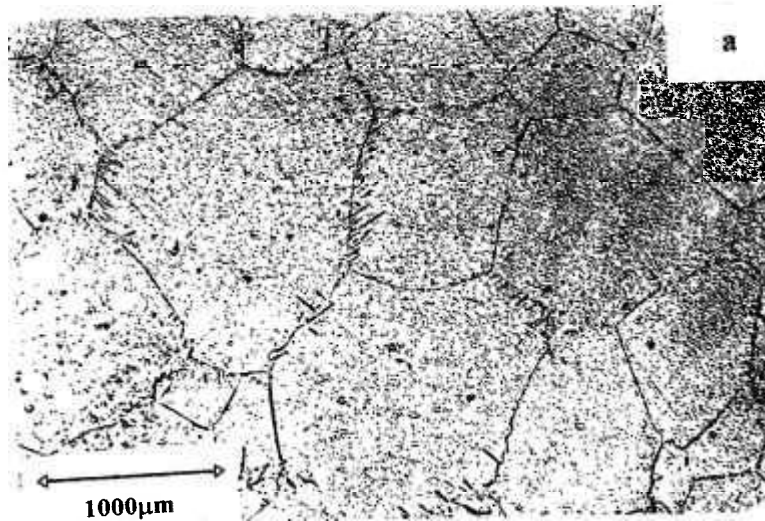


Figura 40 - Micrografias ópticas referentes às amostras tratadas termicamente a 1573K: (a) 300 s, (b) 1800 s.

A Tabela 4, mostra o tamanho médio da partícula de MnS para estas amostras.

Tabela 4 - Tamanho Médio das **Partículas** de MnS Observadas por MET em Amostras de Fe-3% Si Solubilizadas em Diferentes Tempos.

Temperatura (K)	Tempo de Encharque (s)	Tamanho Médio (nm)
1573	300	50
	600	49
	900	30
	1200	17
	1800	13

A observação da Tabela 4, mostra que o tamanho médio das partículas diminui para tempos crescentes. A Figura 41 mostra micrografias eletrônicas e o gráfico de distribuição para cinco diferentes tempos de encharque; nota-se a diminuição de tamanho da partícula e também a diminuição de frequência.

O crescimento do tamanho do grão é devido à dissolução dos precipitados para tempos maiores. Por microscopia eletrônica de transmissão constatou-se que o tamanho médio de partículas diminui para tempos crescentes. Sabe-se que com a eliminação das partículas pequenas, os grãos tendem a crescer, pois o seu contorno não encontrará obstáculo (precipitados pequenos) no seu caminho durante o seu crescimento, isto é, as partículas muito pequenas tendem a desaparecer, reduzindo a inibição do crescimento.

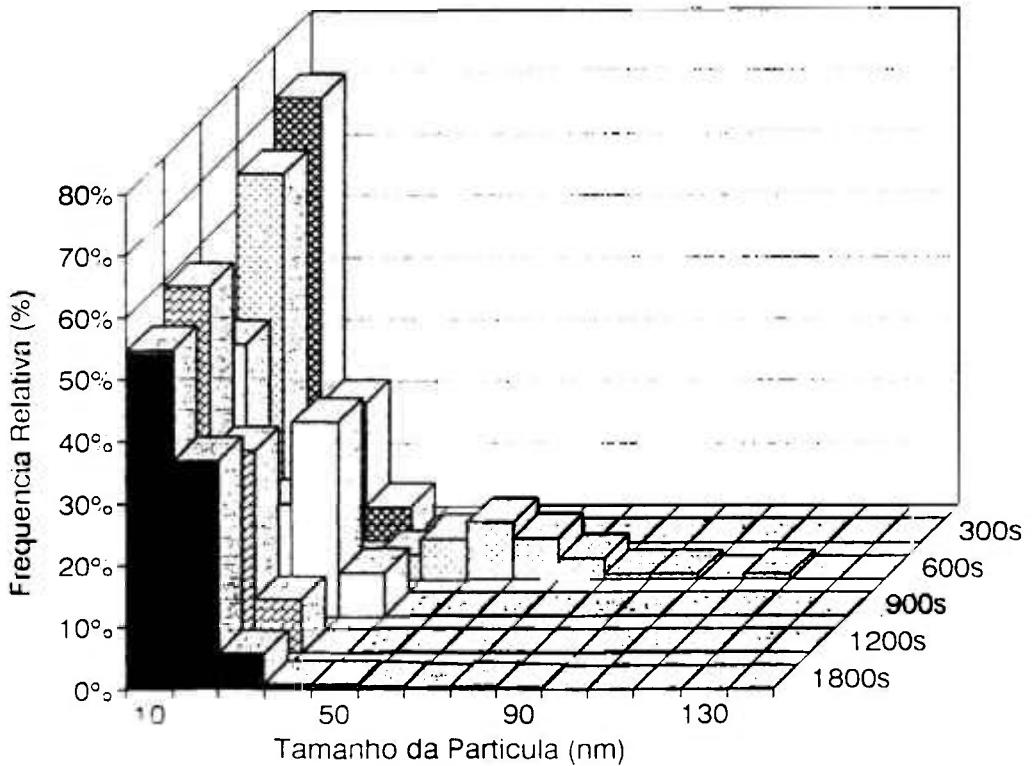
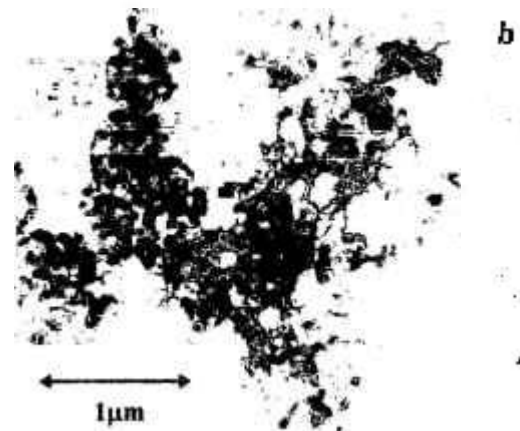
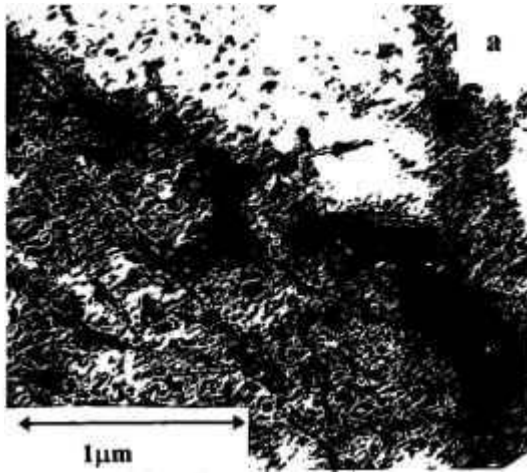


Figura 41 - Microscopia eletrônica de transmissão referente a tratamento térmico de 1573 K, preparação da amostra (réplica de extração de precipitados) e gráfico de distribuição de tratamento das partículas: (a) 300 s, (b) 1800 s e (c) gráfico de distribuição.

## **IV.3. ENSAIOS DE COMPRESSÃO A QUENTE**

### **IV.3.1. Ensaio de Compressão a Quente com um Passe de Deformação**

#### **IV.3.1.1. Ensaio de Compressão a Quente - Três Diferentes Temperaturas e Quatro Diferentes Tempos de Encharque**

##### **IV.3.1.1.1. Análise do tamanho de grão - Microscopia Óptica**

As Tabelas 5 e 6 mostram o tamanho médio de grão para amostras ensaiadas com um passe de compressão a quente, três temperaturas diferentes e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície e região da espessura intermediária).

Observando-se a Tabela 5 e a Figura 42 que mostra micrografias ópticas referentes às três temperaturas de ensaio de compressão e quatro diferentes tempos de encharque, nota-se que na superfície da amostra, para a temperatura de 1173 e 1273 K, há aumento do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque. Para a temperatura de 1373 K há diminuição do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque.

Como pode ser observado na Tabela 6 e nas micrografias ópticas mostradas na Figura 43, há aumento do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque na temperatura de 1173 e 1273 K, porém há diminuição para a temperatura de 1373 K.

Tabela 5 - Diâmetro Médio de **Grão** ( $\mu\text{m}$ ).  
 (Superfície) das Amostras de Fe-3% Si Ensaçadas em  
 Compressão a Quente (1 passe).

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque (s)	Diâmetro Médio ( $\mu\text{m}$ )
Superfície	1173	32	2769
		70	2569
		130	3200
		470	4750
	1273	32	2176
		70	3561
		130	3715
		470	4615
	1373	32	2200
		70	1653
		130	1046
		470	992

Tabela 6 - Diâmetro Médio de **Grão** ( $\mu\text{m}$ ).  
 (Espessura Intermediária) das Amostras de Fe-3% Si Ensaçadas em  
 Compressão a Quente (1 passe).

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque (s)	Diâmetro Médio ( $\mu\text{m}$ )
Espessura Intermediária	1173	32	1846
		70	2576
		130	2946
		470	3107
	1273	32	1023
		70	1784
		130	2276
		470	2684
	1373	32	3430
		70	1776
		130	1400
		470	1161

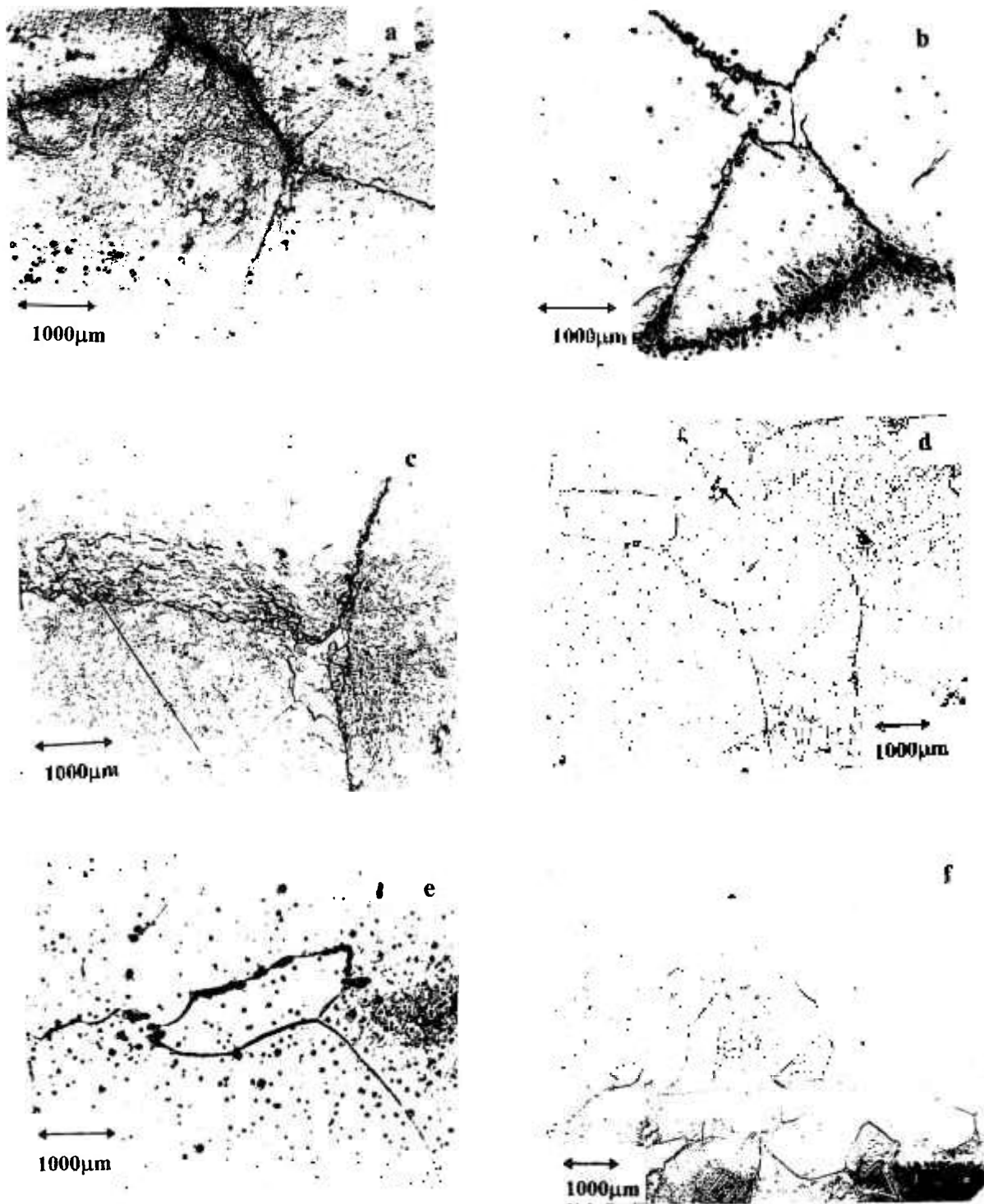


Figura 42- Micrografias ópticas referentes às três temperaturas diferentes de ensaio e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície):

(a) 1173K, 32s; (b) 1173K, 470 s; (c) 1273K, 32s;

(d) 1273K, 470s; (e) 1373K, 32s; (f) 1373K, 470s.

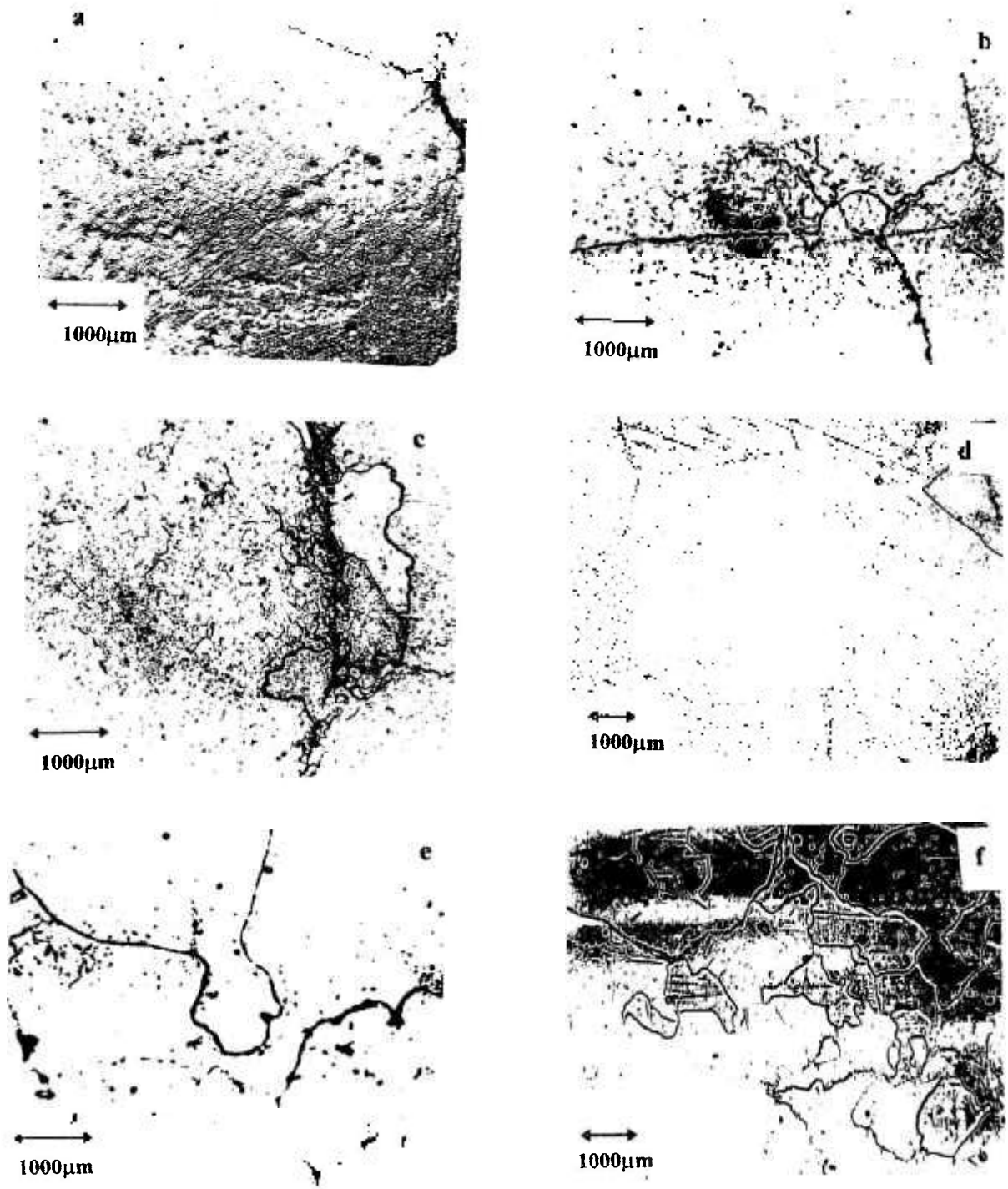


Figura 43 - Micrografias ópticas referentes às três temperaturas diferentes de ensaio e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária):

- (a) 1173K, 32s; (b) 1173K, 470 s; (c) 1273K, 32s;  
 (d) 1273K, 470s; (e) 1373K, 32s; (f) 1373K, 470s.

Comparando-se as duas regiões há diminuição do tamanho de grão da região da superfície para a região da espessura intermediária nas temperaturas de 1173 e 1273K, o inverso acontecendo para a temperatura 1373 K, onde o grão apresenta-se maior na espessura intermediária, por causa da menor quantidade de partículas em altas temperaturas devido à recristalização, Tabela (5.3b), Capítulo V.

#### **IV.3.1.1.2. Análise da distribuição do tamanho do precipitado de MnS Observado por Microscopia Eletrônica de Transmissão**

A Tabela 7, mostra o tamanho médio da partícula para três diferentes temperaturas de ensaio e quatro tempos diferentes de encharque na região da superfície.

Observando-se a Tabela 7 e as Figuras 44 e 46, que mostram micrografias eletrônicas referentes a temperatura de 1173 K e tempos crescentes de encharque e respectivo gráfico de distribuição e de quantidade de partículas, nota-se uma pequena variação do tamanho das partículas para tempos crescentes de encharque. Isto sugere que para tempos maiores de encharque os sítios de nucleação podem ser dissolvidos parcialmente. Nesta temperatura a precipitação não é homogênea com relação ao tamanho de precipitados <sup>(13)</sup>, como pode ser observado na Figura 46. Sabe-se que as partículas menores inibem o crescimento do grão. O coalescimento dessa partícula se dá através da difusão do Mn e S em solução sólida supersaturada ou pela dissolução de partículas pequenas e crescimento das partículas maiores, assim sendo, observa-se o tamanho de grão maior nesta temperatura, porque as partículas nesta temperatura são maiores e não estariam inibindo o crescimento de grão.

Tabela 7 - Tamanho Médio da **Partícula** de MnS após Ensaio de Compressão a Quente (1 passe).

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque (s)	Tamanho de Partícula (nm)
Superfície	1173	32	90
		70	70
		130	71
		470	100
	1273	32	70
		70	13
		130	9
		470	6
	1373	32	38
		70	14
		130	16
		470	14

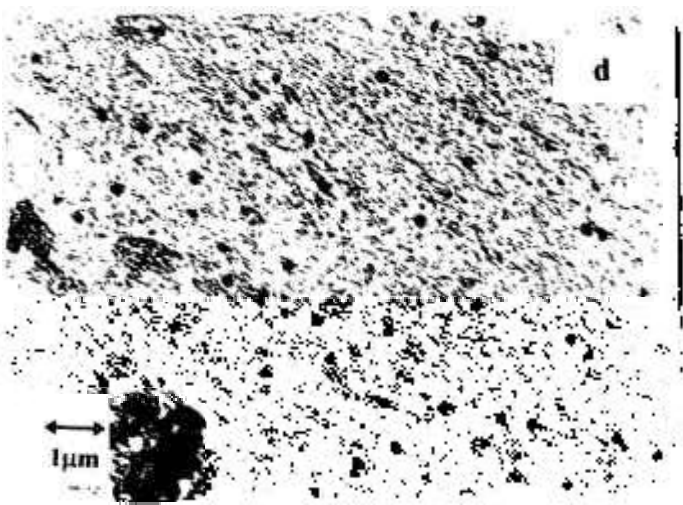
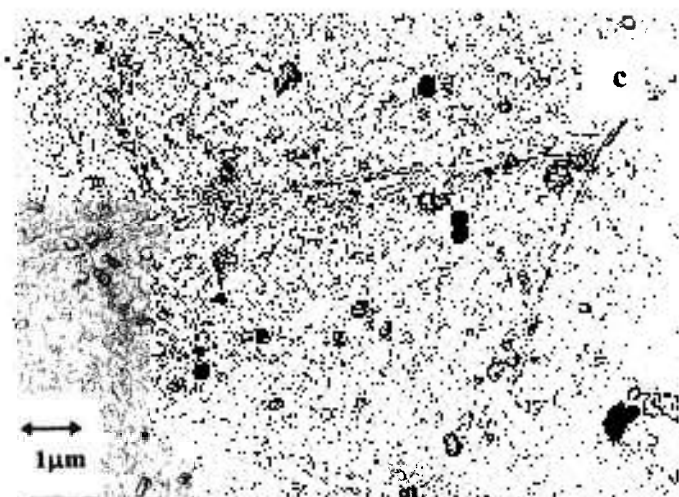
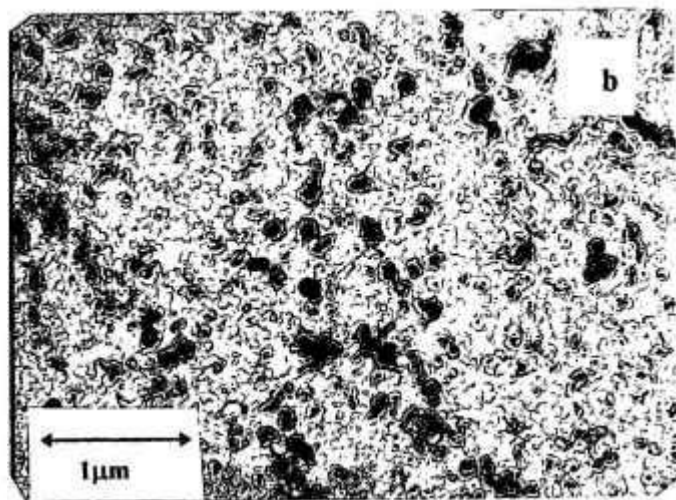
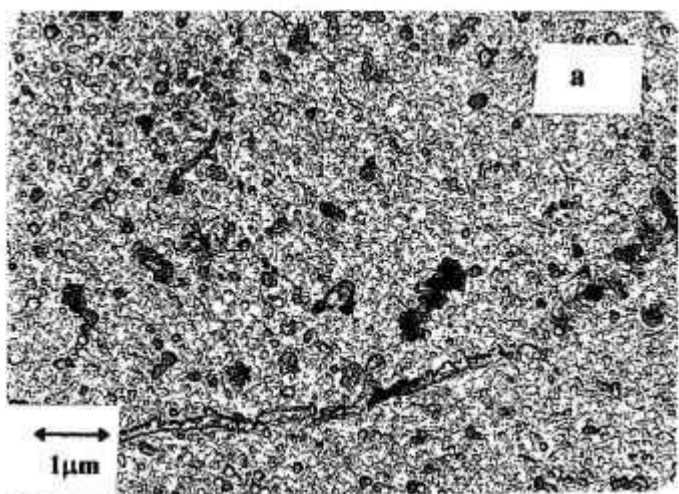


Figura 44 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com a temperatura de 1173 K e quatro diferentes tempos de ensaio.

(a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s; (região da superfície).

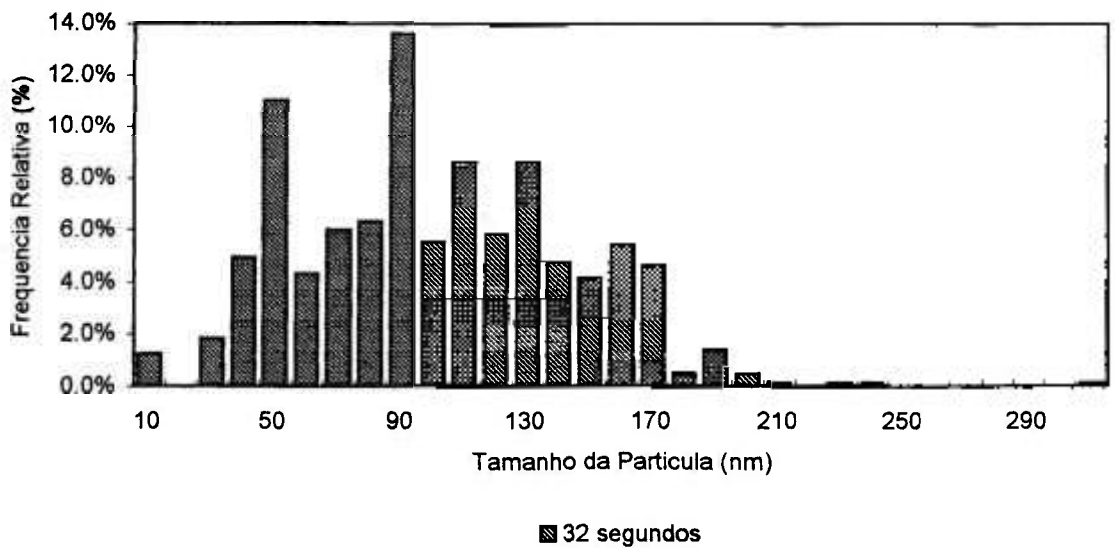


Figura 45(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a 1173 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da superfície).

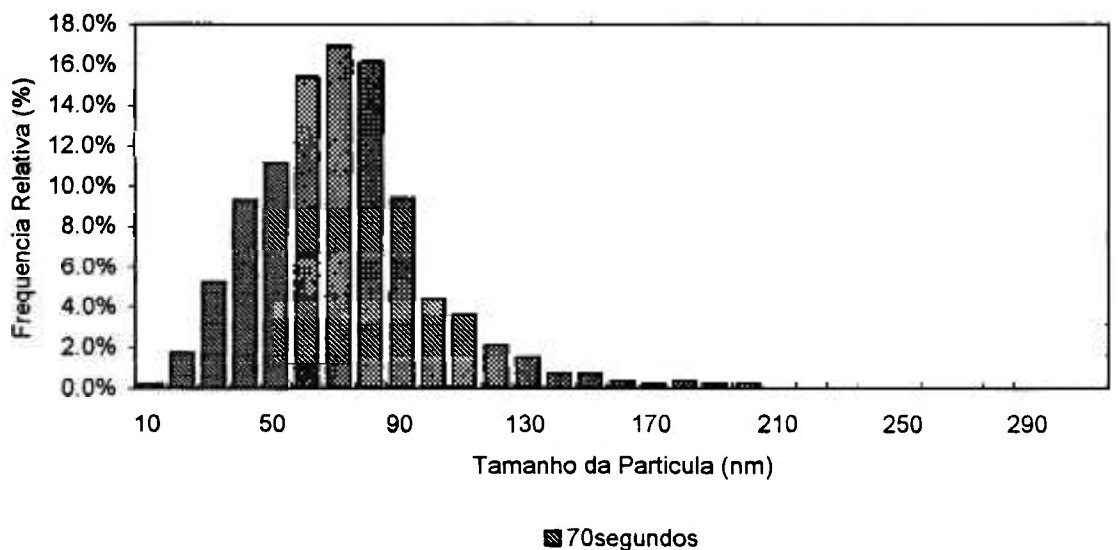


Figura 45(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a 1173 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da superfície).

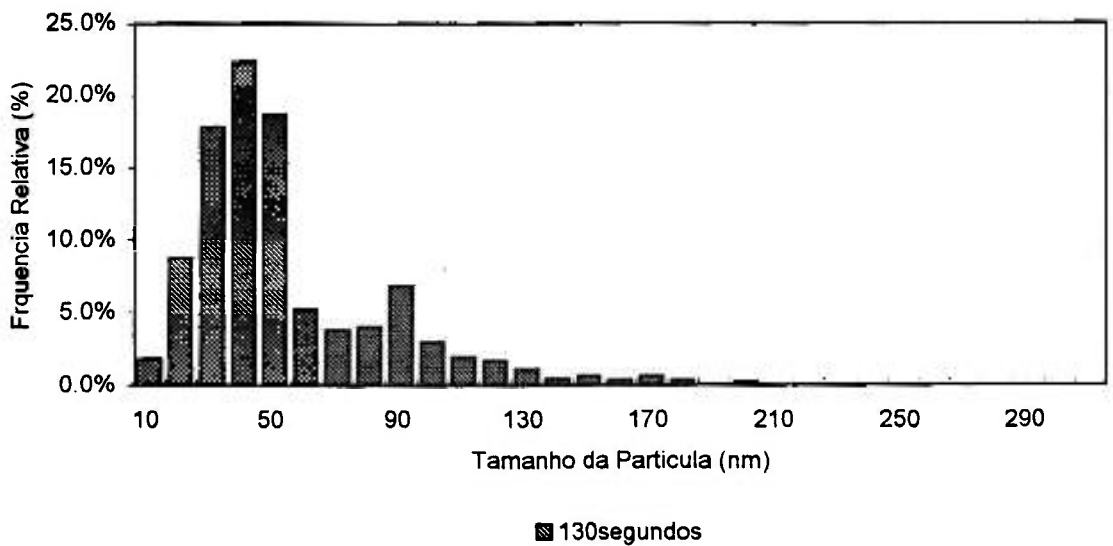


Figura 45(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a 1173 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da superfície).

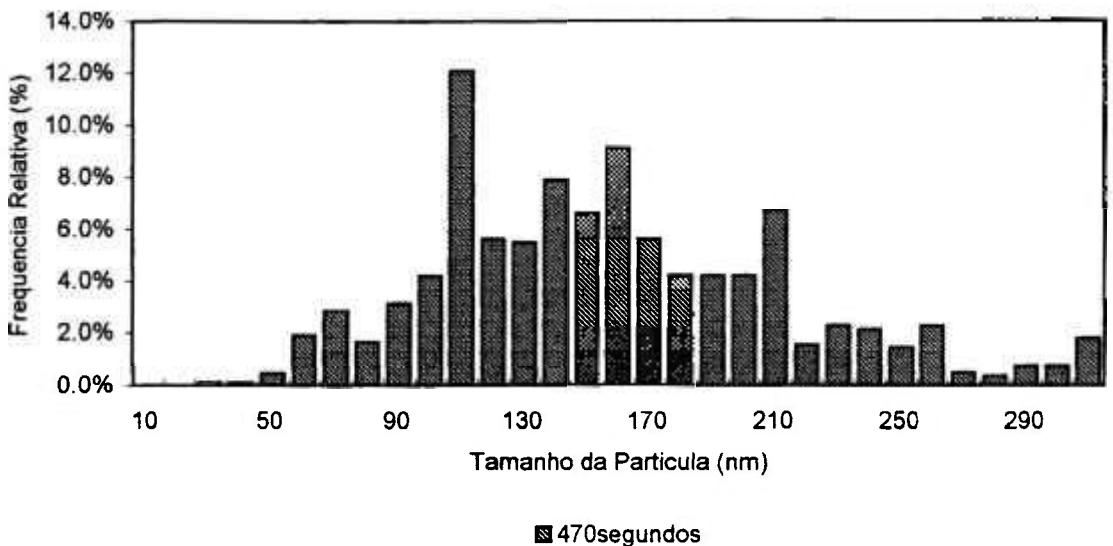


Figura 45(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a 1173 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da superfície).

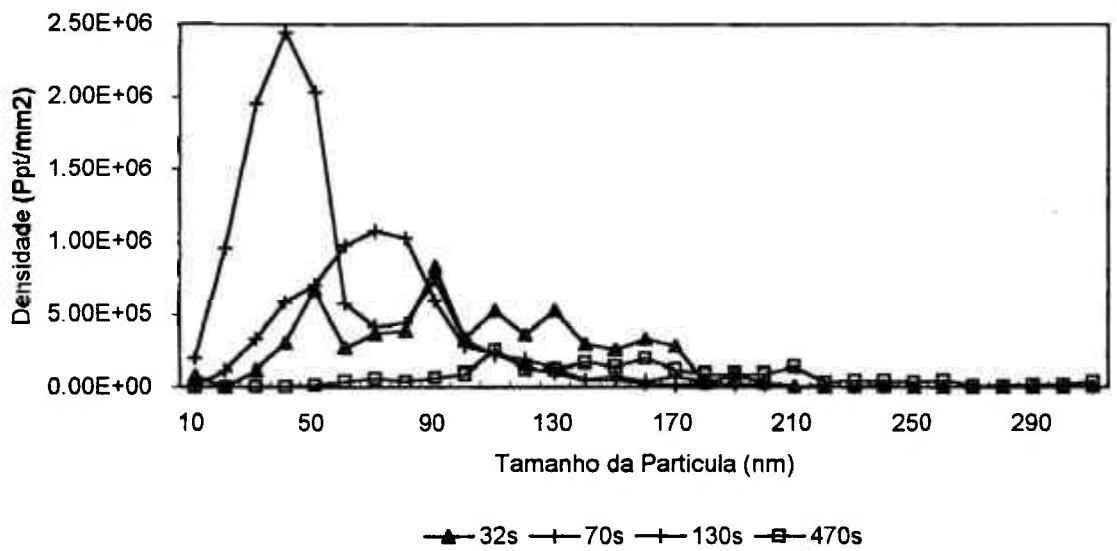


Figura 46 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície).

Com a análise da Tabela 7 e das Figuras 47 a 51 que mostram micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão com temperaturas de 1273 e 1373K com quatro diferentes tempos de ensaio e o gráfico de distribuição de tamanho e quantidade de partículas, observou-se uma pequena diminuição do tamanho das partículas e o aumento do número de partículas de MnS para tempos crescentes de encharque. Para altas temperaturas, a recuperação da microestrutura deformada ocorre rapidamente antes da nucleação. As discordâncias são reduzidas em poucos segundos e pode permanecer uma rede de discordâncias e subcontornos de grãos, sugerindo que as partículas estariam ancorando os subcontornos <sup>(13)</sup> e formando aglomerados de precipitados que inibiriam o crescimento de grão e os grãos apresentam-se menores nestas duas temperaturas. A análise da curva TTP, para a porcentagem de carbono e enxofre utilizada neste trabalho, sugere que a maior velocidade de precipitação ocorre neste intervalo de temperatura; assim há maior precipitação <sup>(40)</sup>.

A Tabela 8, mostra o tamanho médio da partícula de MnS para três diferentes temperaturas de ensaio e quatro tempos diferentes de encharque na região da espessura intermediária.

Com a análise da Tabela 8 e das Figuras 52 a 54, que mostram micrografias eletrônicas referentes a temperatura de 1173K e quatro diferentes tempos de encharque e respectivo gráfico de distribuição de tamanho e quantidade de partículas, observa-se a diminuição do tamanho médio das partículas para tempos crescentes de encharque; este fato também é notado nas outras duas temperaturas.

Sabe-se que nesta região ocorre maior quantidade de defeitos cristalinos, por encontrar-se na região do cone de deformação de amostras deformadas por ensaio de compressão.

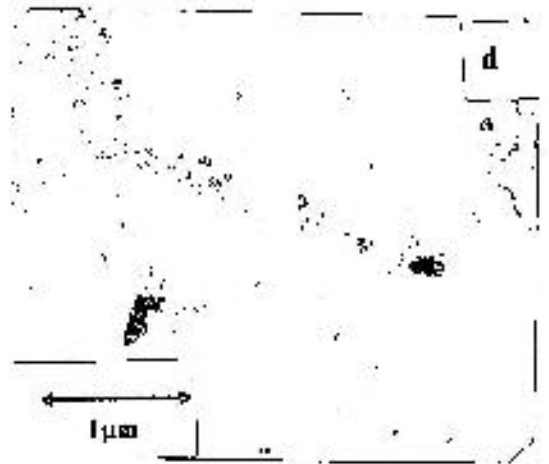
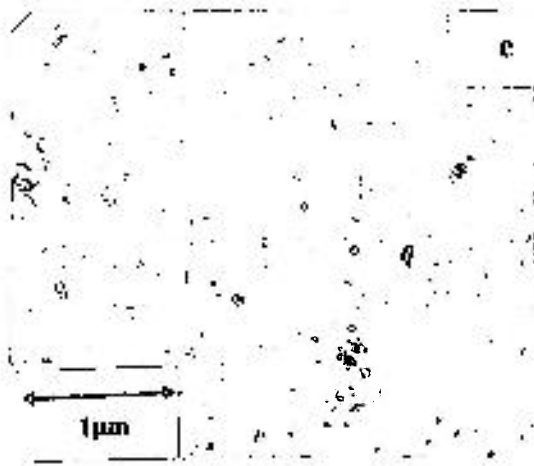
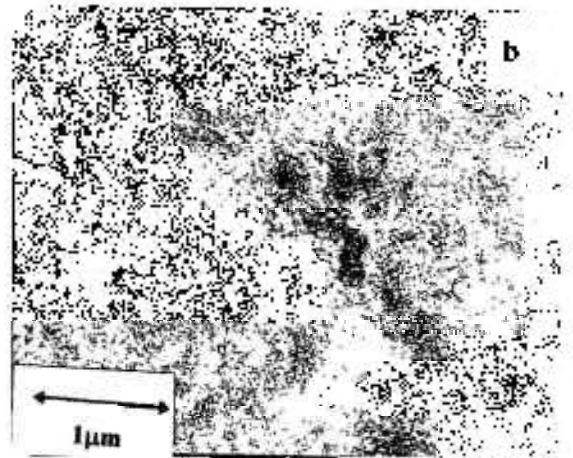
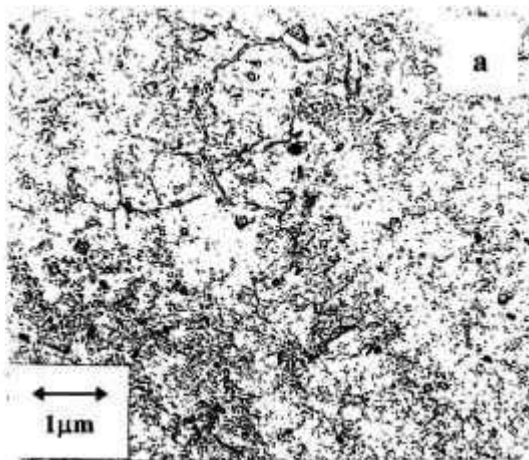


Figura 47 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com temperatura de 1273 K e quatro diferentes tempos de encharque. (a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s; (região da superfície).

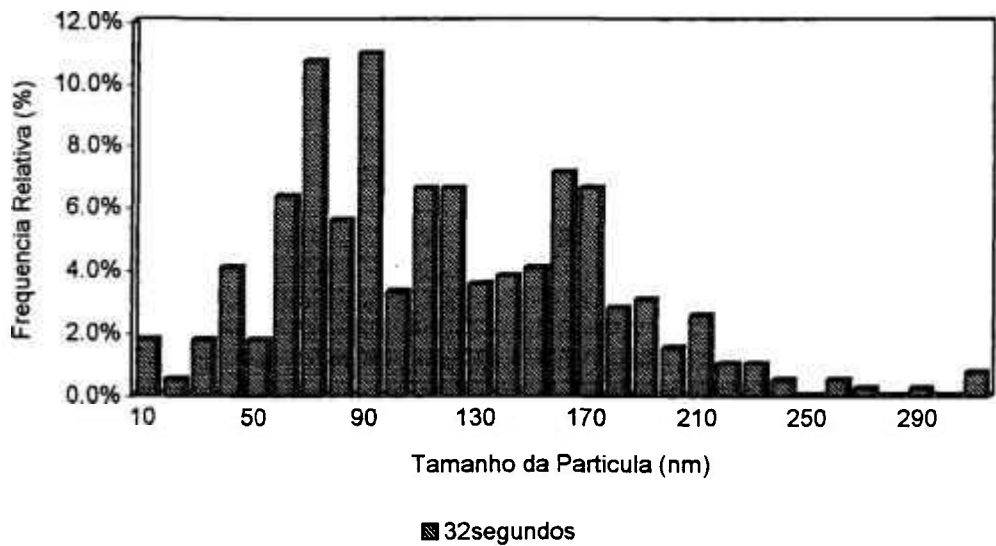


Figura 48(a) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da superfície).

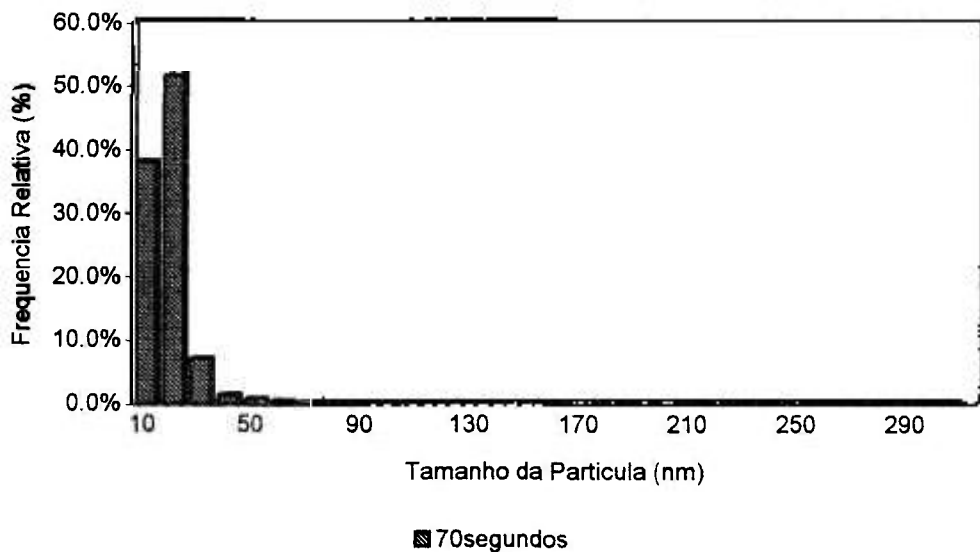


Figura 48(b) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da superfície).

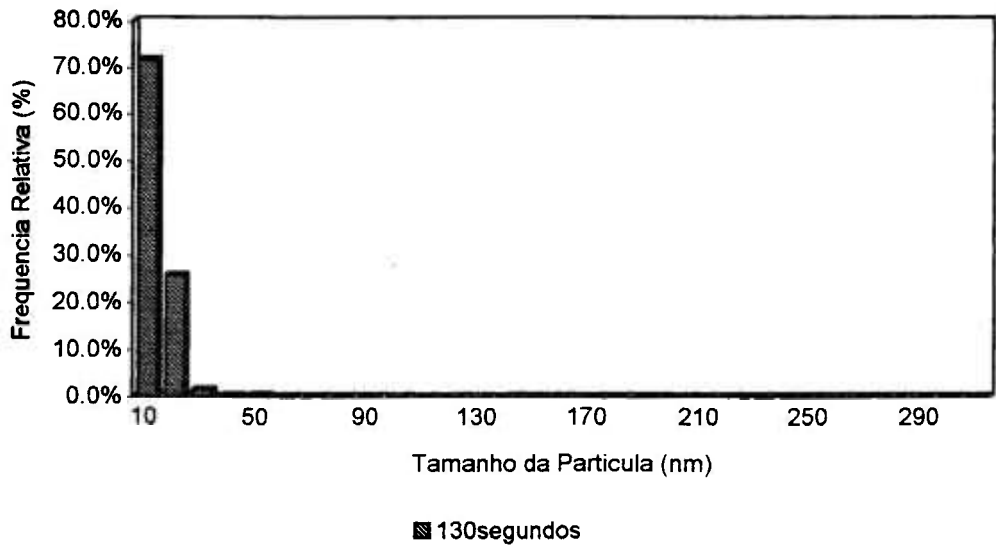


Figura 48(c) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da superfície).

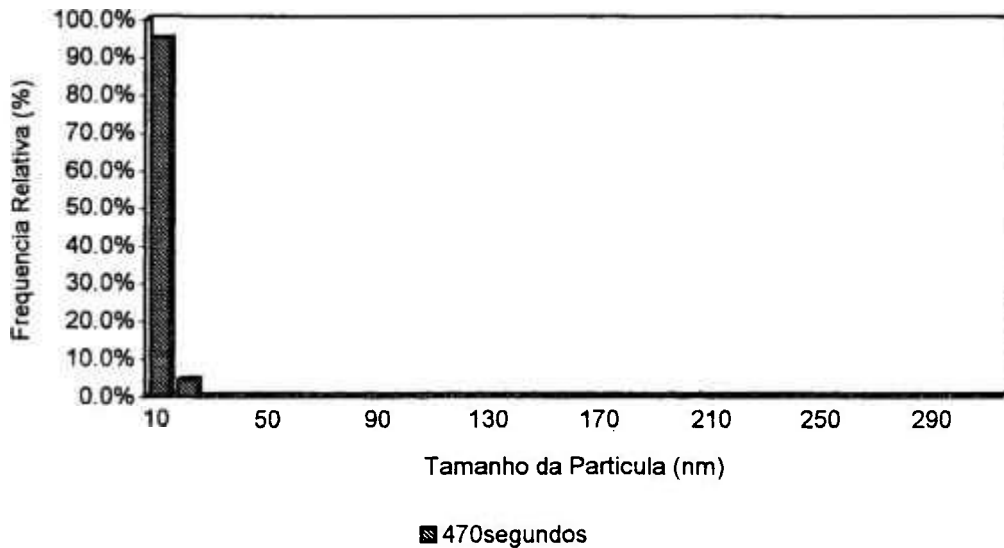


Figura 48(d) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da superfície).

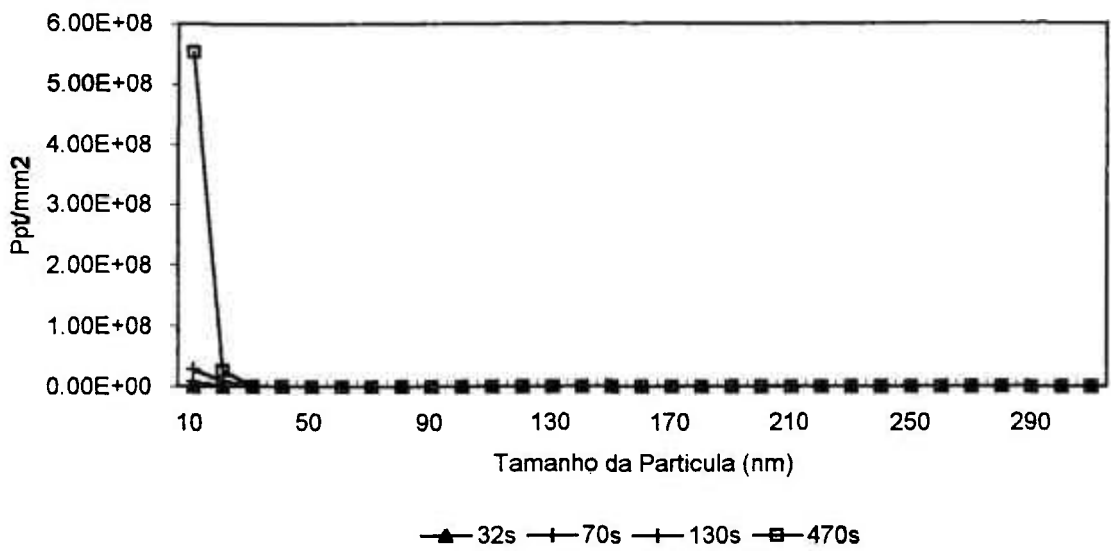


Figura 49 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície).

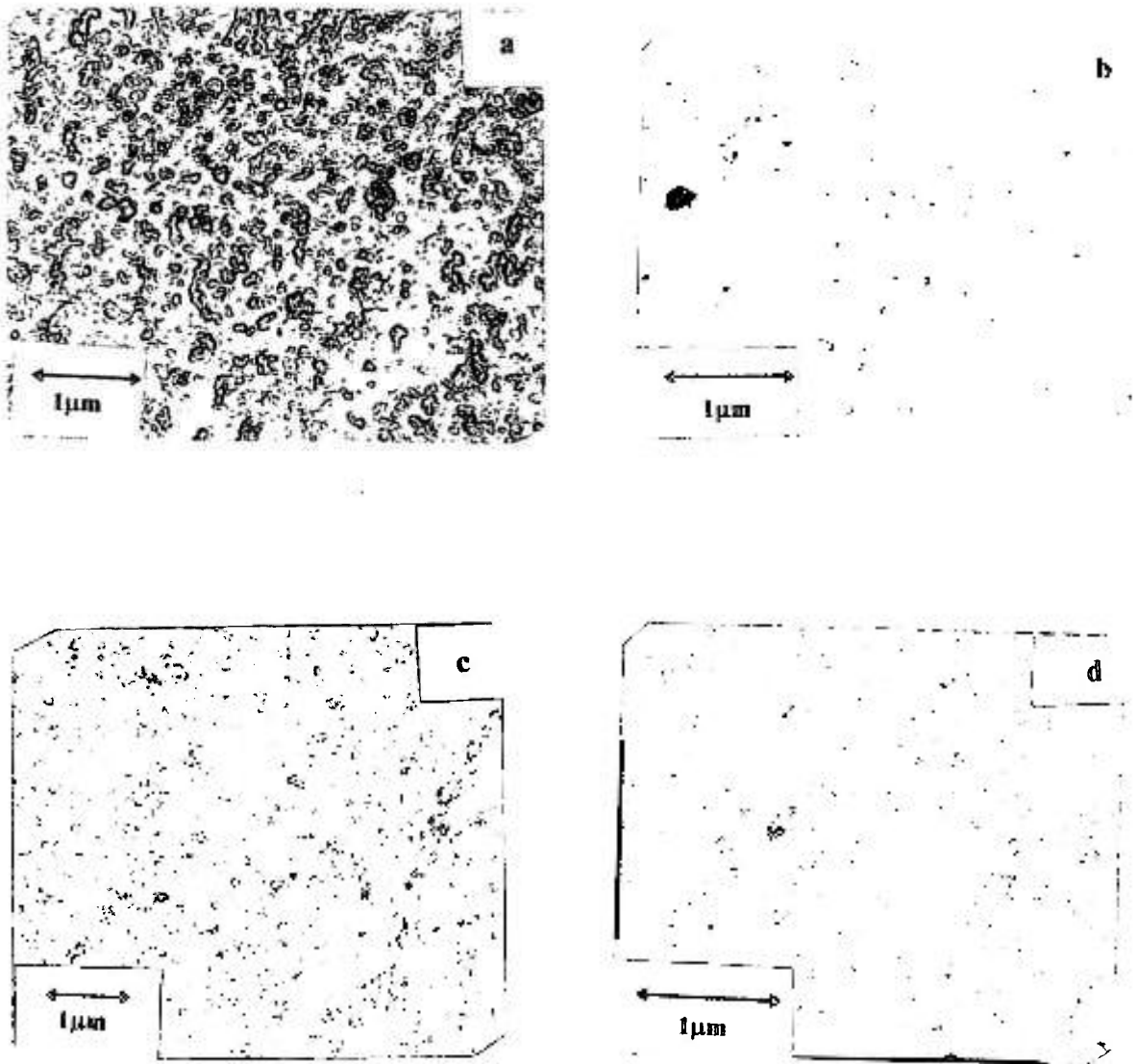


Figura 50 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com a temperatura de 1373 K e quatro diferentes tempos de encharque. (a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s; (região da superfície).

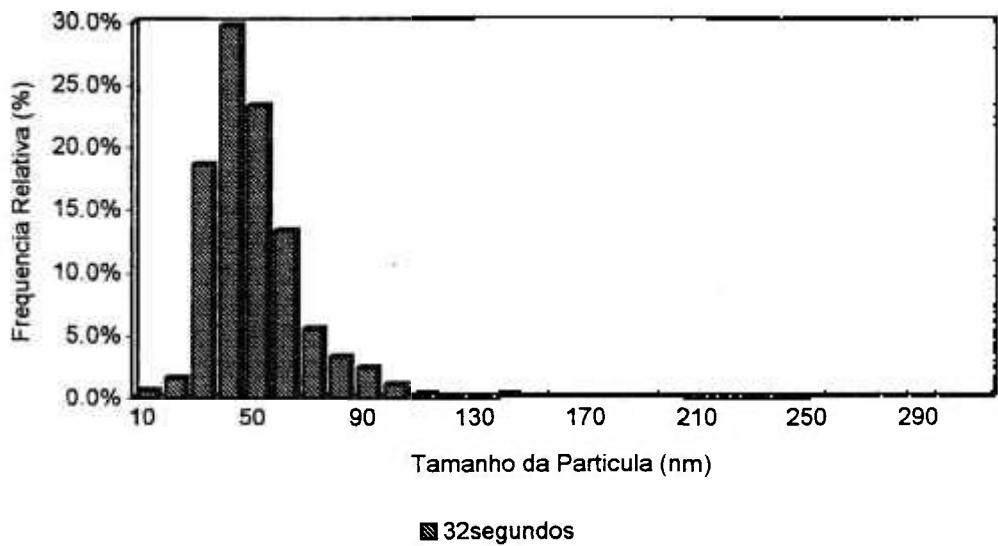


Figura 51(a) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da superfície).

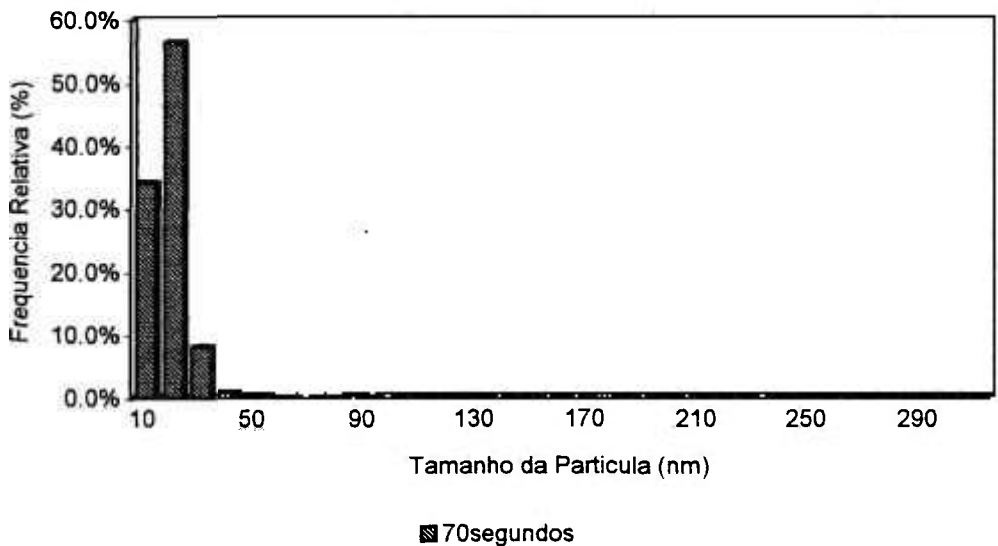


Figura 51(b) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da superfície).

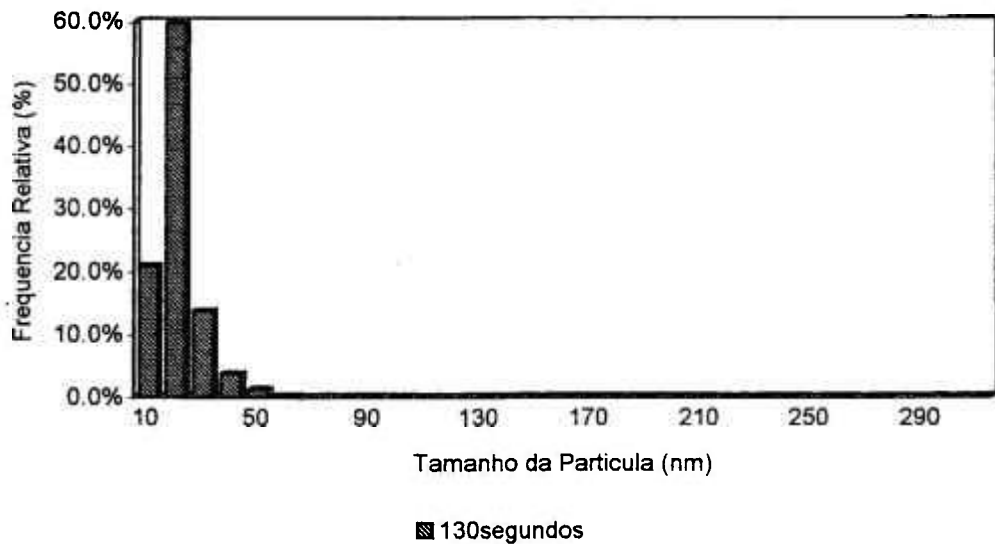


Figura 51(c) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da superfície).

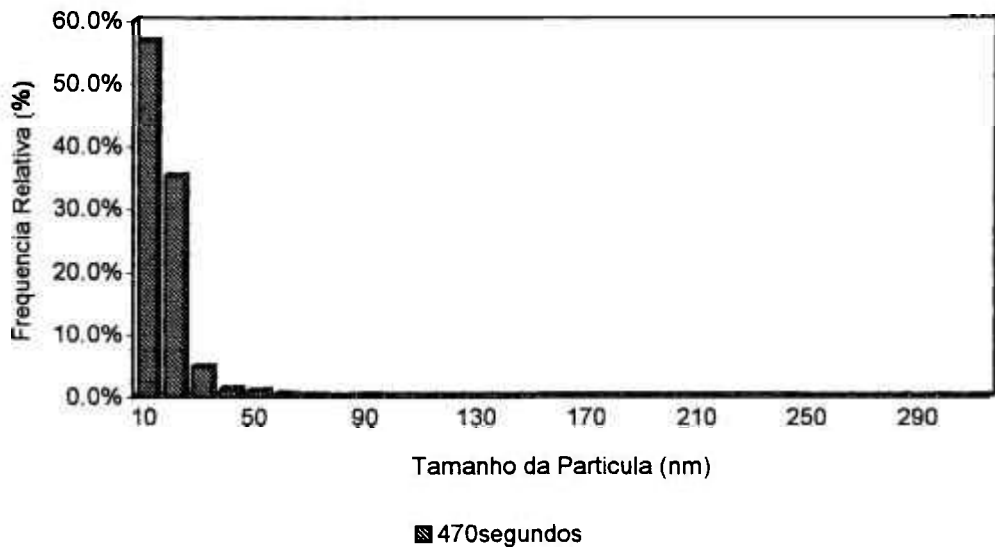


Figura 51(d) - Histograma de distribuição de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da superfície).

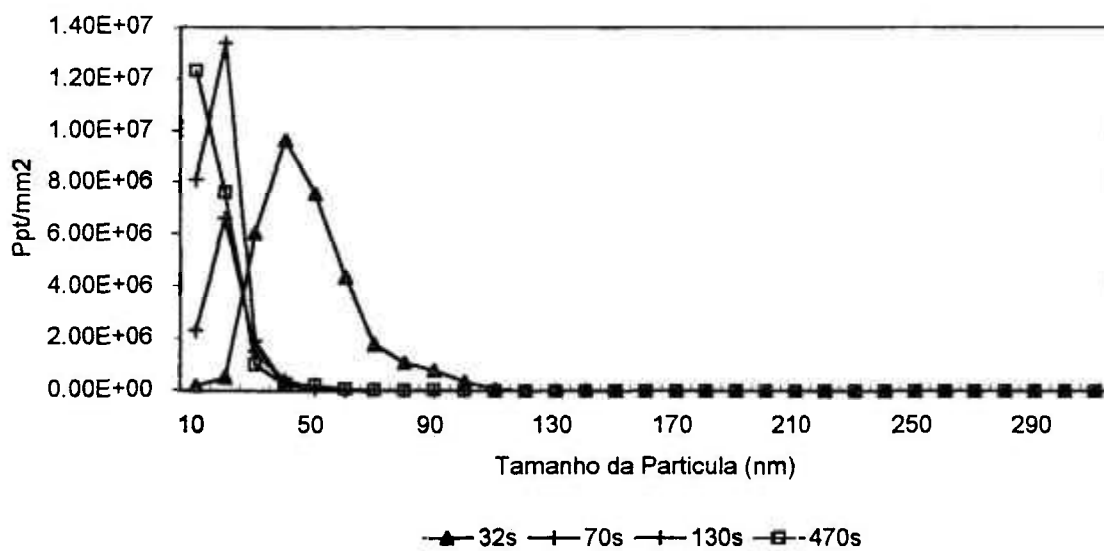


Figura 52 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da superfície).

Tabela 8 - Tamanho Médio de **Partículas** de Amostras de Fe-3% Si (Espessura Intermediária) Ensaçadas em Compressão a Quente (1 passe).

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque (s)	Tamanho de Partícula (nm)
Espessura Intermediária	1173	32	71
		70	60
		130	19
		470	27
	1273	32	47
		70	12
		130	8
		470	5
	1373	32	36
		70	15
		130	12
		470	10

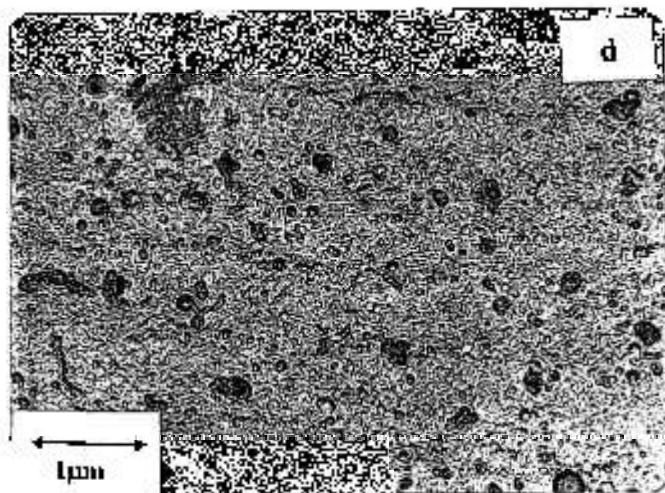
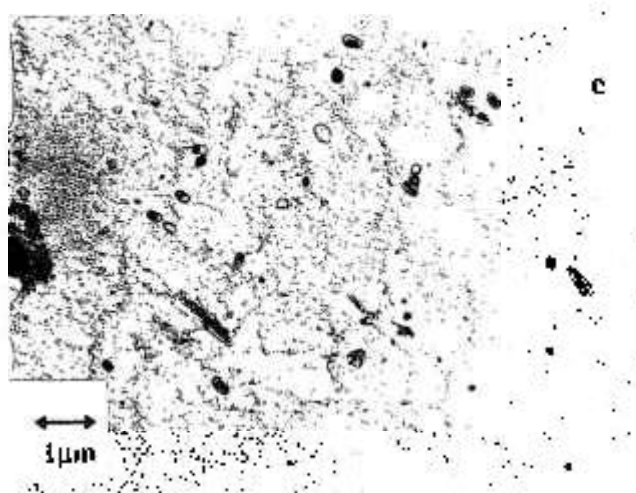
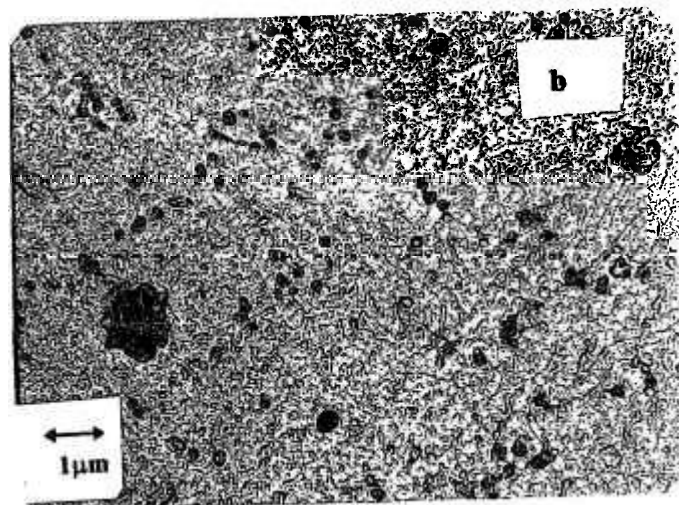
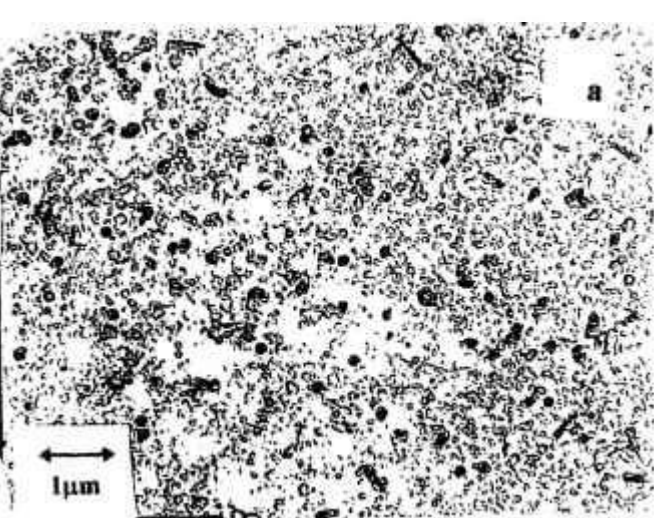


Figura 53 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com a temperatura de 1173 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária). (a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s.

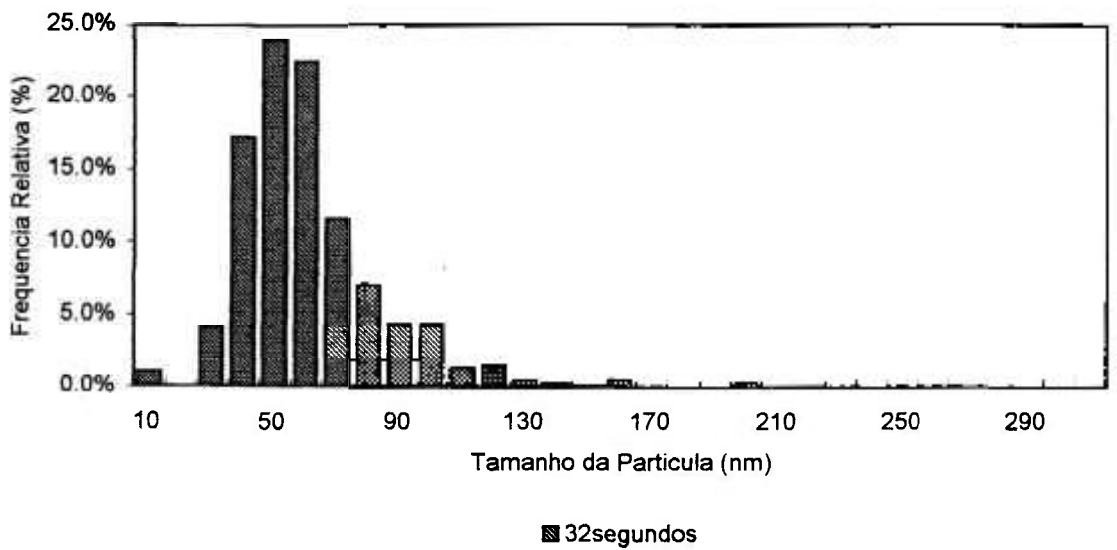


Figura 54(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da espessura intermediária).

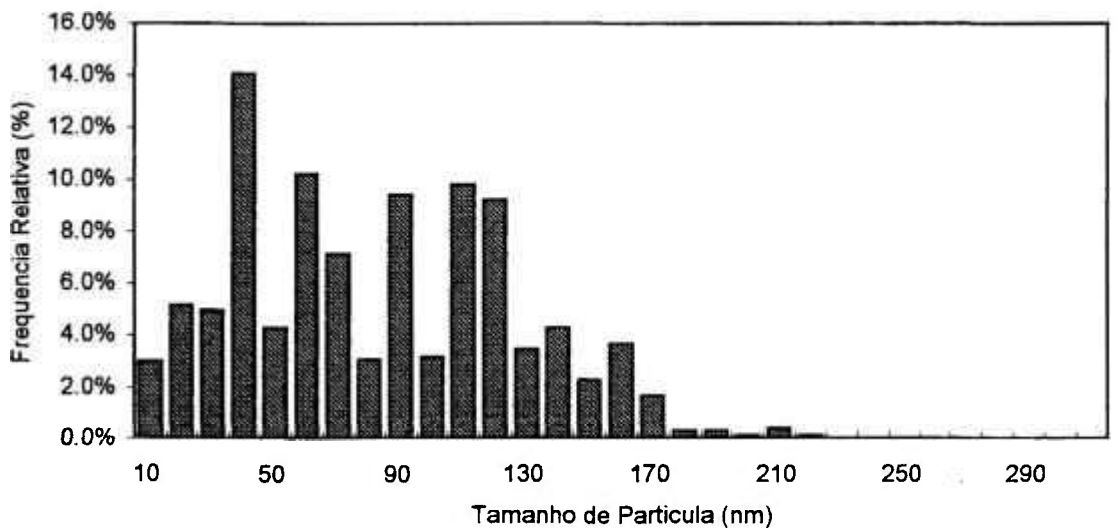


Figura 54(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da espessura intermediária).

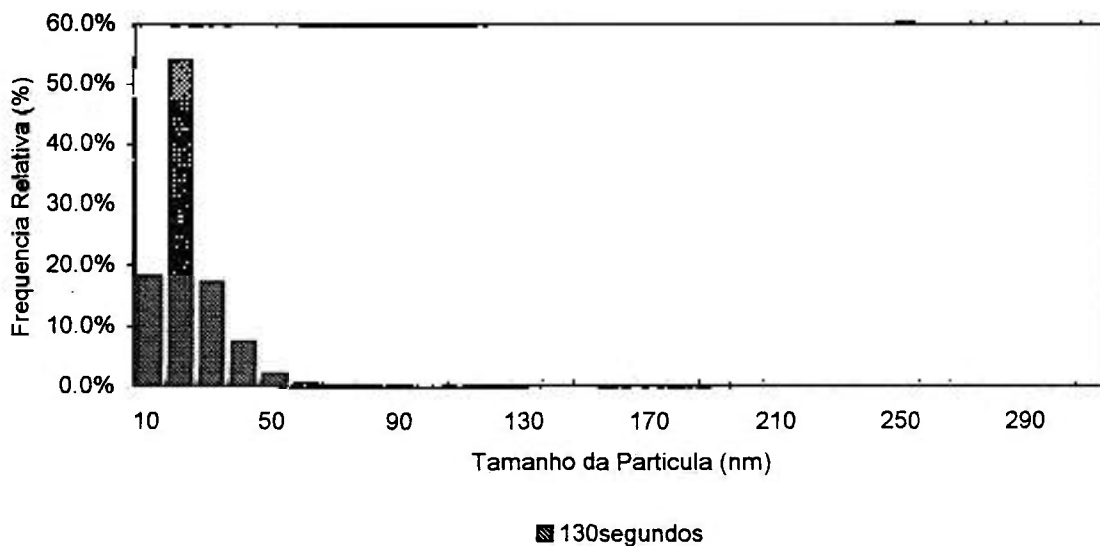


Figura 54(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da espessura intermediária).

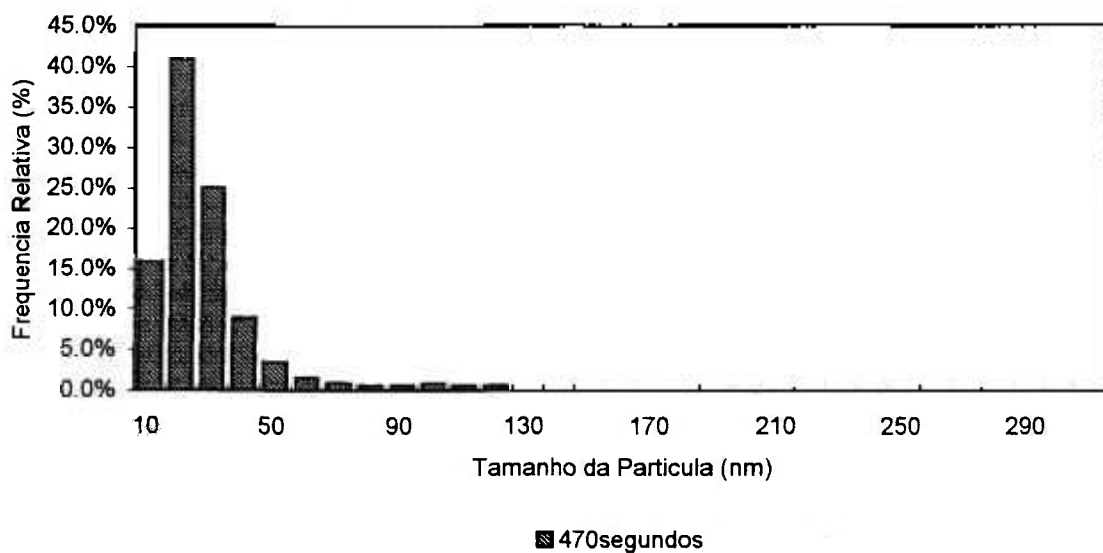


Figura 54(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da espessura intermediária).

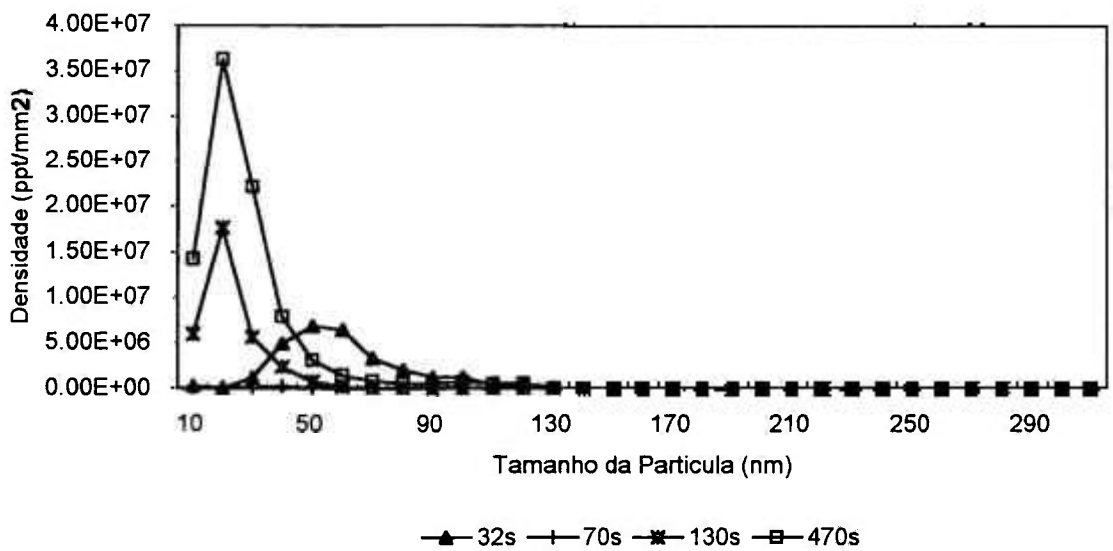


Figura 55 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária).

Na temperatura de 1173K, as partículas estarão se precipitando preferencialmente em subcontornos de grão e discordâncias; como a temperatura é baixa, as discordâncias e outros defeitos ainda permanecem depois da deformação e aumenta a possibilidade de novos sítios de nucleação, havendo maior precipitação nesta região <sup>(13)</sup>.

Para altas temperaturas (1273 e 1373K), sugere-se que a precipitação preferencial ocorra no contorno de grão<sup>(16)</sup>. Na temperatura de 1373 K ocorre menor precipitação em razão da ocorrência do processo de recristalização, que eliminou as discordâncias que seriam sítios de precipitação <sup>(13)</sup>, como é mostrado nas micrografias e gráficos das Figuras 56 a 61, onde observa-se que com tempos crescentes há diminuição da quantidade de partículas nessas temperaturas.

Comparando-se as duas regiões de observação, (superfície e região da espessura intermediária), Tabela 5.3.b do Capítulo V, nota-se que houve diminuição do tamanho médio da partícula para todas as temperaturas e tempos de encharque. Este fato sugere que na região da espessura intermediária, os defeitos permanecem como sítios de nucleação para precipitação.

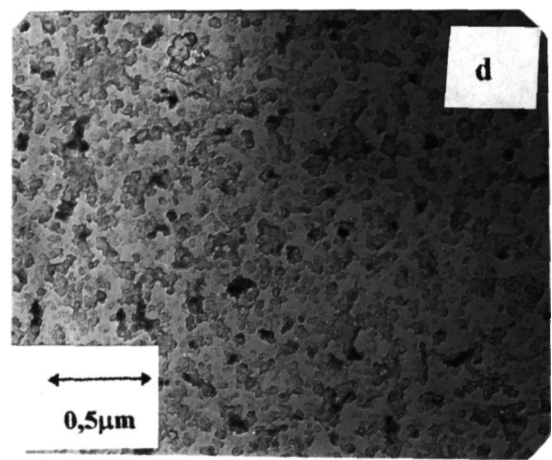
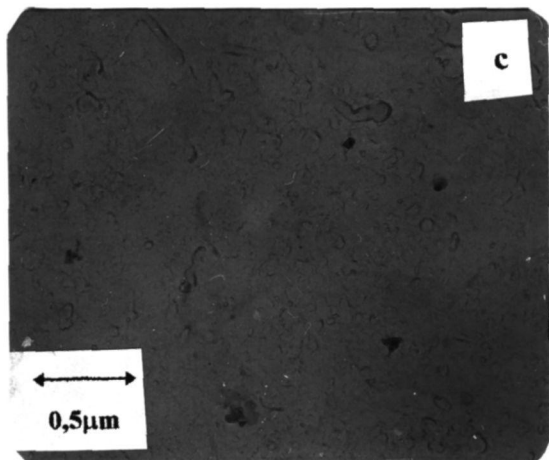
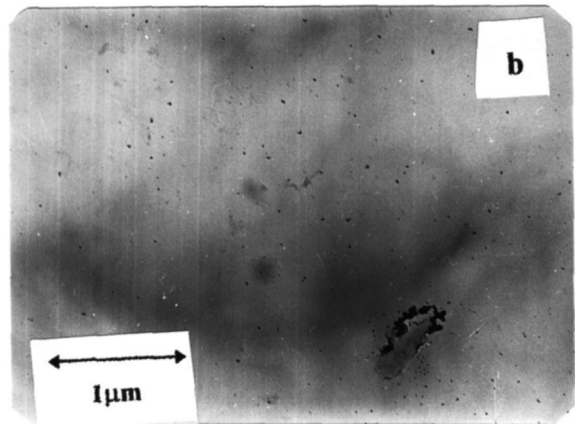
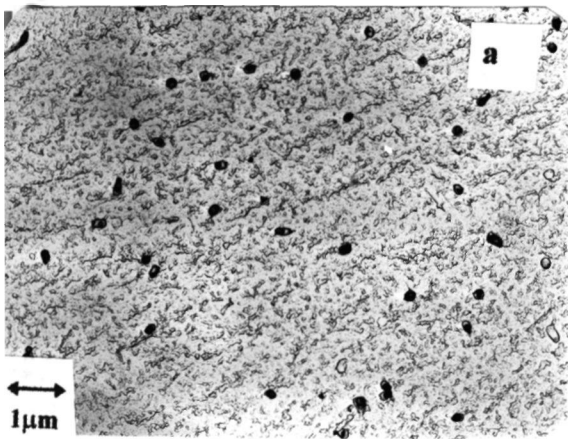


Figura 56 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com a temperatura de 1273 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária). (a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s.

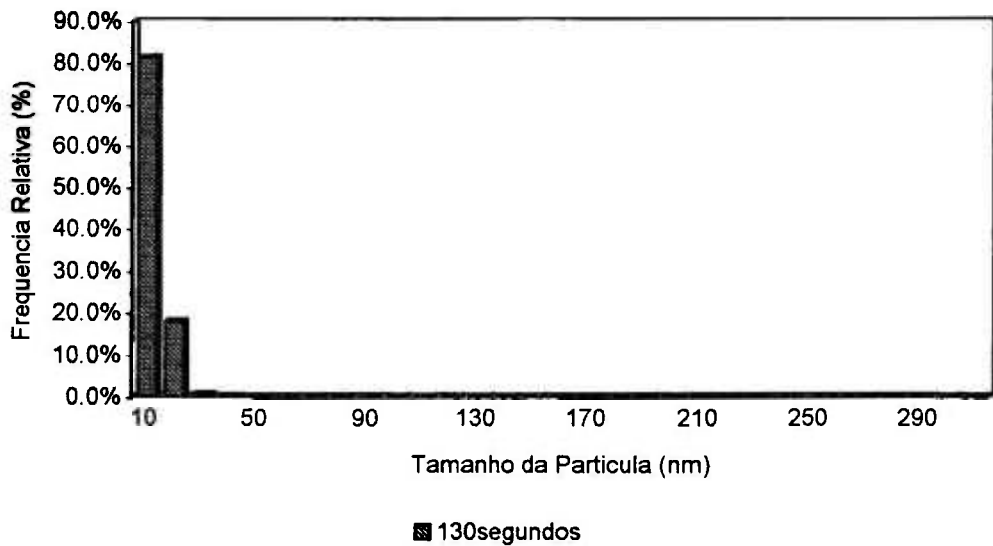


Figura 57(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da espessura intermediária).

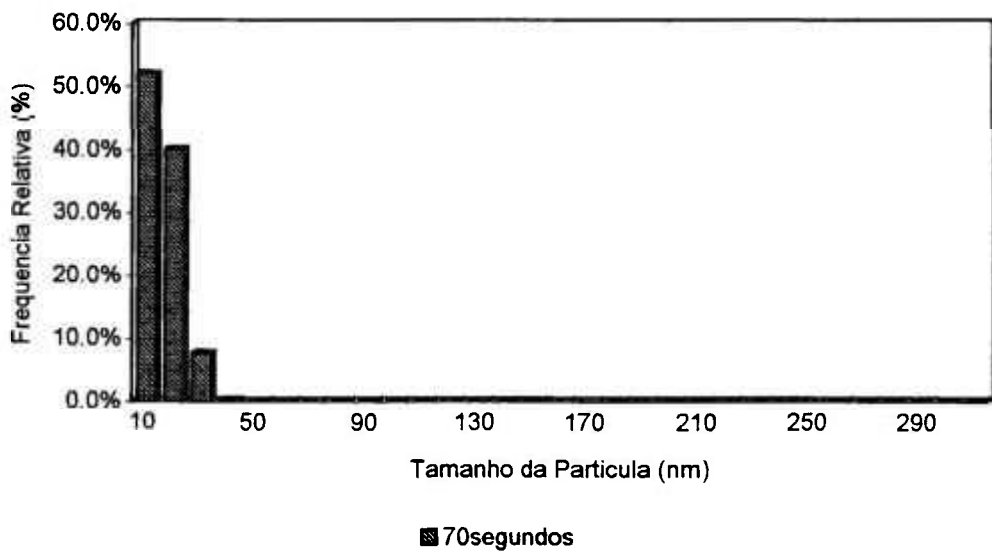


Figura 57(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da espessura intermediária).

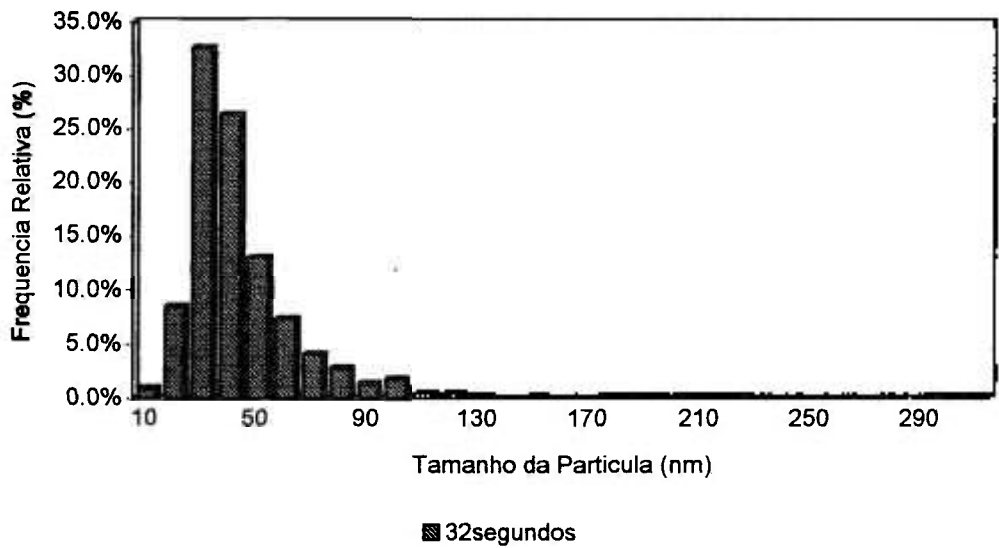


Figura 57(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da espessura intermediária).

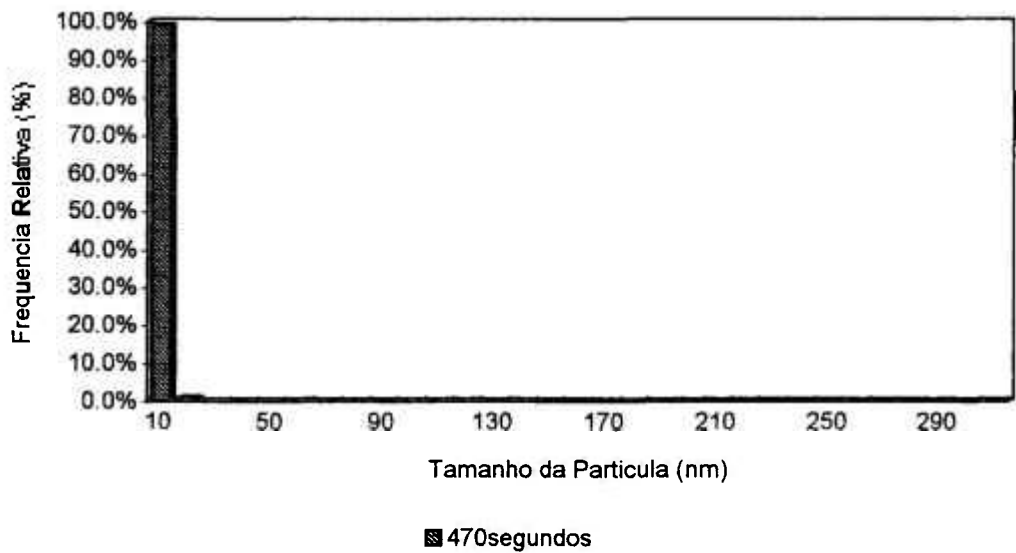


Figura 57(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da espessura intermediária).

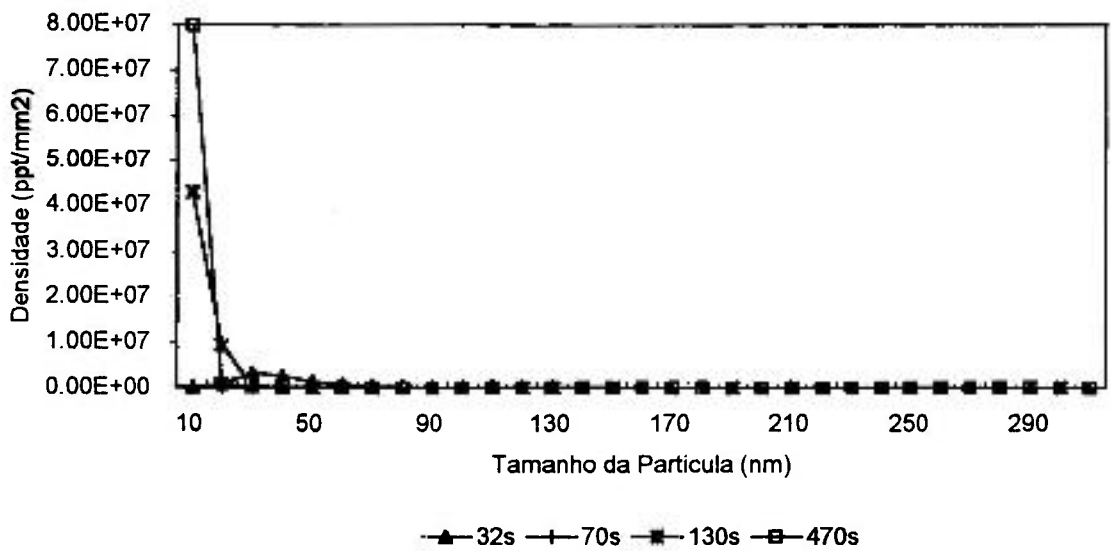


Figura 58 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária).

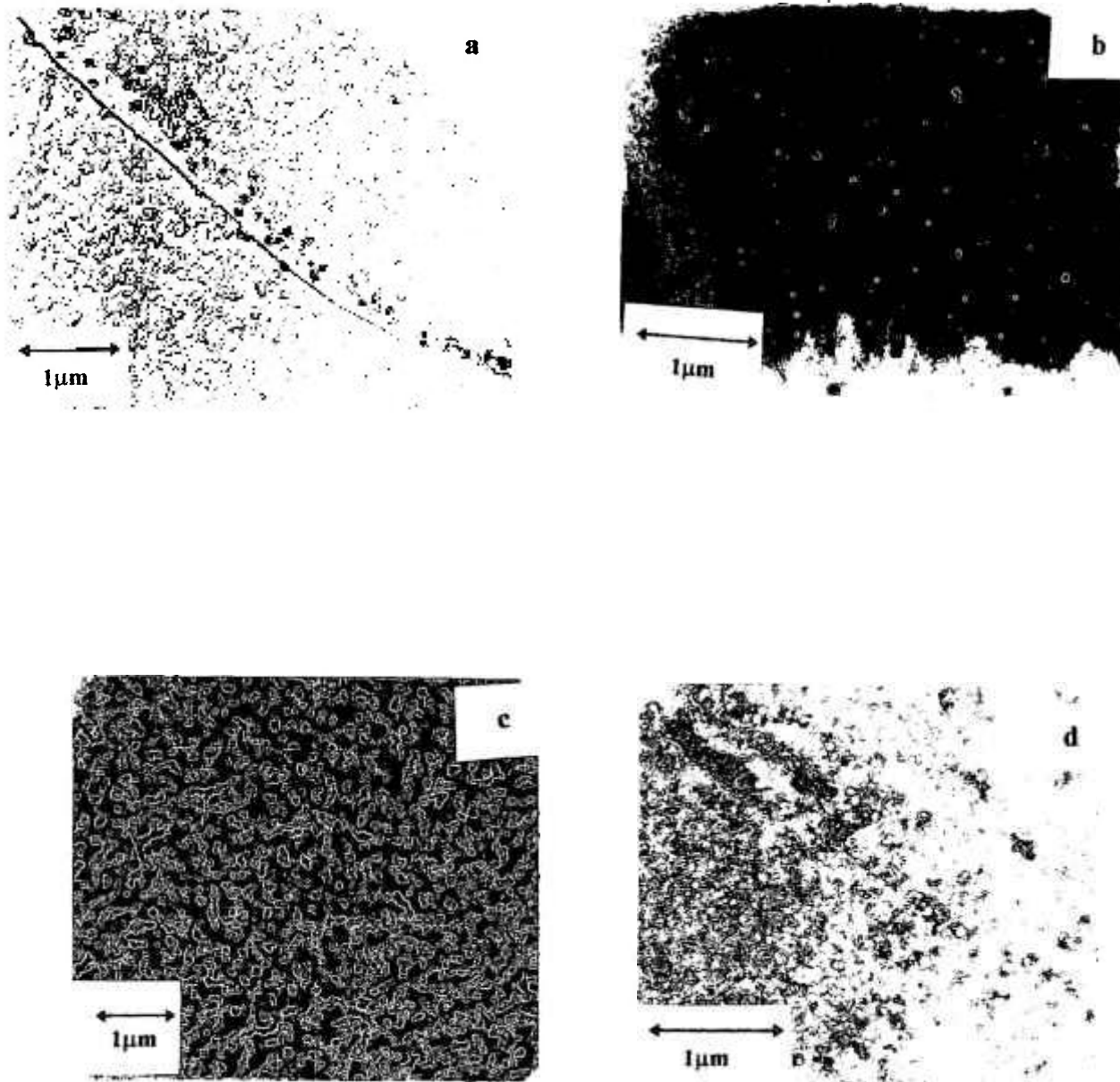


Figura 59 - Micrografias eletrônicas referentes ao ensaio de compressão a quente com a temperatura de 1373 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária). (a) 32s; (b) 70s; (c) 130s; (d) 470s.

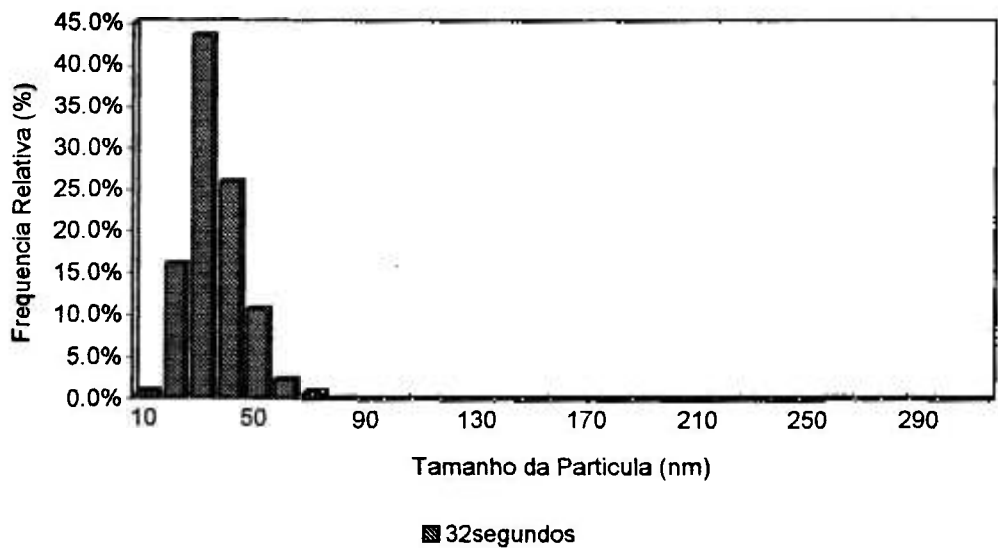


Figura 60(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 32 segundos (região da espessura intermediária).

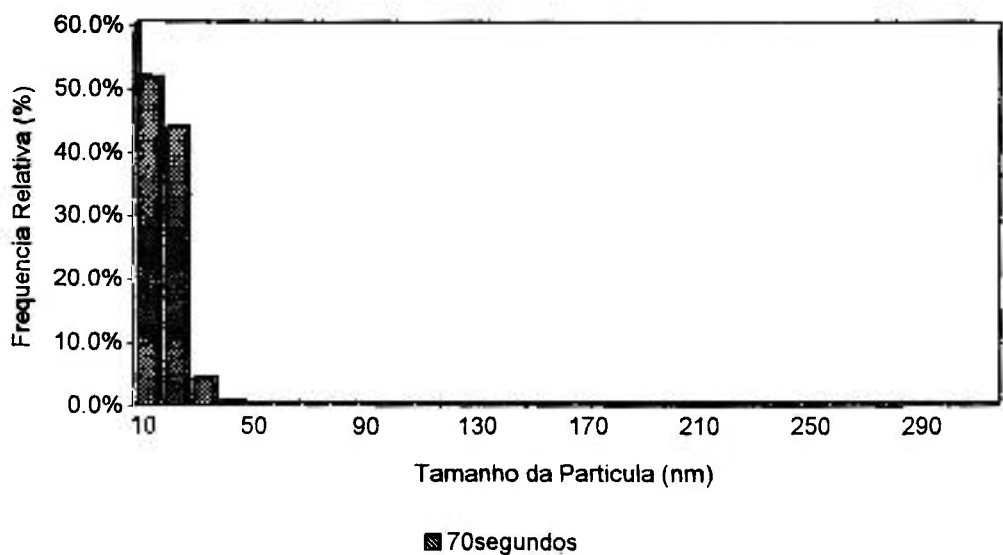


Figura 60(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 70 segundos (região da espessura intermediária).

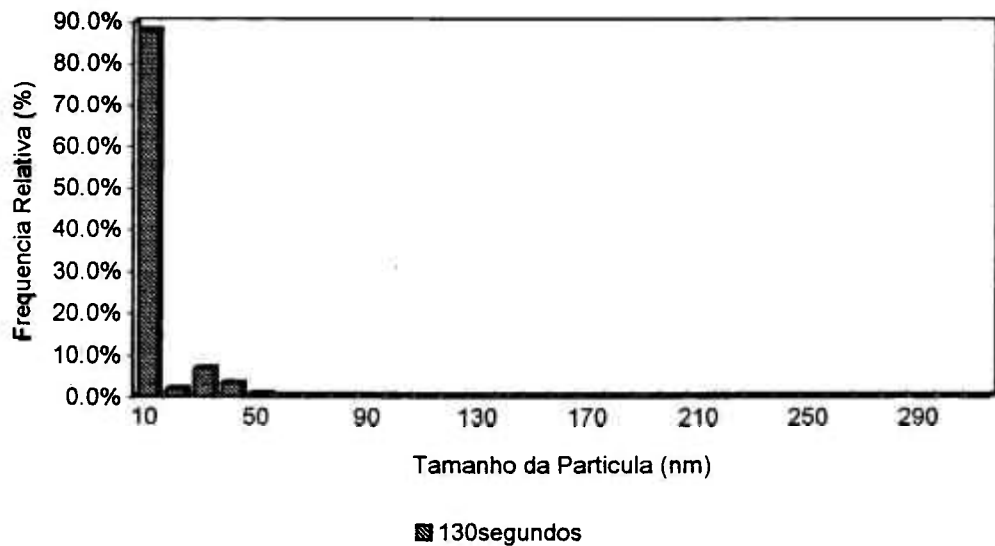


Figura 60(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 130 segundos (região da espessura intermediária).

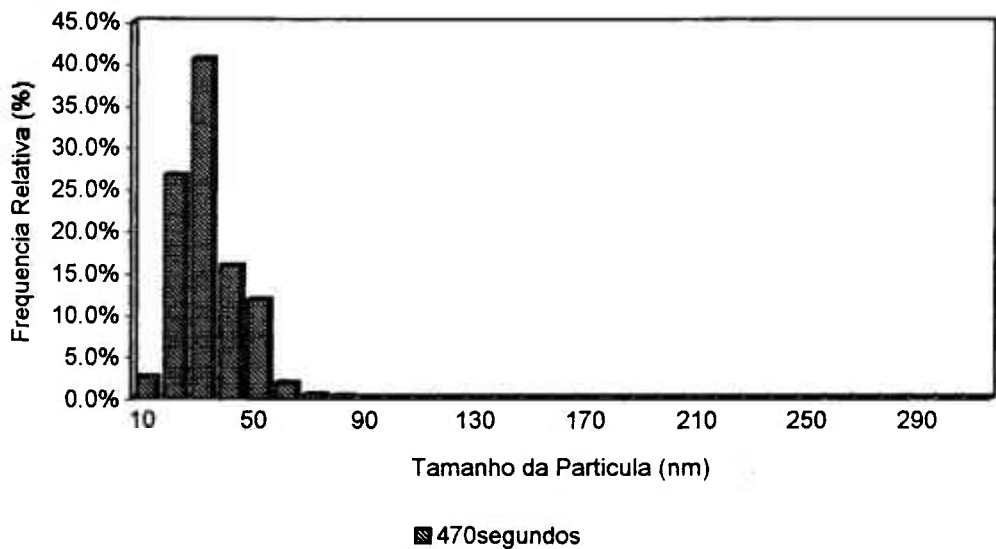


Figura 60(d) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 470 segundos (região da espessura intermediária).

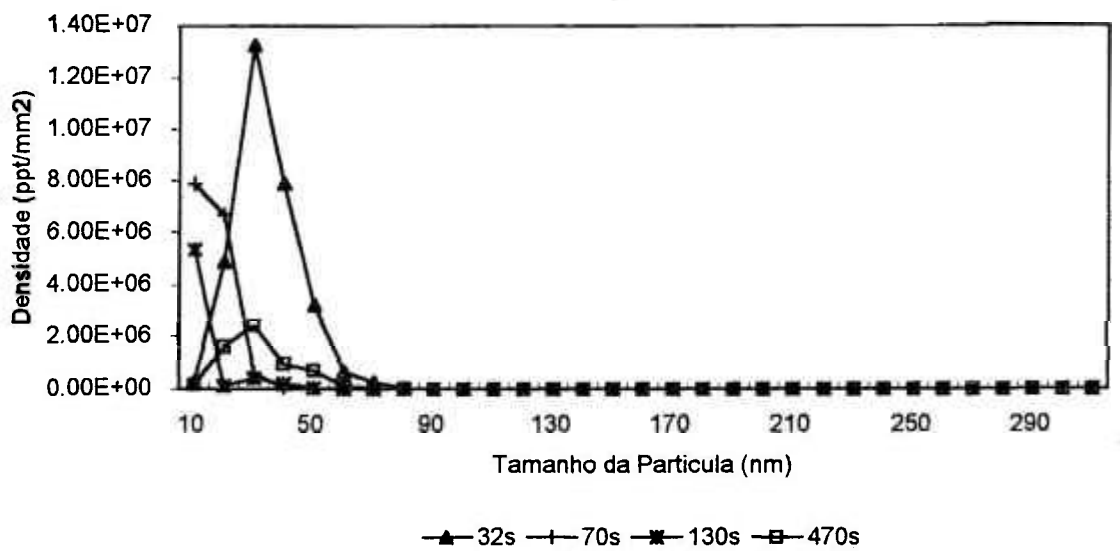


Figura 61 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e quatro diferentes tempos de encharque (região da espessura intermediária).

## **IV.3.2. Ensaio de Compressão a Quente com Dois Passes de Compressão**

### **IV.3.2.1. Ensaio de Compressão a Quente - Três diferentes temperaturas, tempo constante no primeiro passe e três diferentes tempos no segundo passe**

#### **IV.3.2.1.1. Análise do tamanho de grão - Microscopia Óptica**

As Tabelas 9 e 10, mostram o tamanho de grão para as amostras ensaiadas com dois passes de compressão a quente, três temperaturas diferentes e variação no tempo de encharque do segundo passe de compressão (superfície e espessura intermediária).

Analisando-se a Tabela 9 e a Figura 62 que mostra as micrografias ópticas referentes às três temperaturas de ensaio e três diferentes tempos de encharque no segundo passe, observa-se que na superfície da amostra, há diminuição de tamanho de grão para tempos crescentes de encharque do segundo passe para o tratamento térmico a 1173 e 1273 K.

Para o tratamento térmico a 1373 K houve um pequeno aumento do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque no segundo passe.

Observando-se a Tabela 10 e as micrografias ópticas mostradas na Figura 63 (espessura intermediária), há diminuição do tamanho de grão para os tratamentos térmicos a 1173 e 1273 K, porém há aumento para o tratamento térmico a 1373 K.

Observando-se a Tabela 5.4 do Capítulo V, comparando-se as duas regiões estudadas, há aumento do tamanho de grão da superfície para a espessura intermediária para tratamento térmico a 1173, 1273 e 1373 K.

Tabela 9 - Tamanho Médio de **Grão** das Amostras de Fe-3% Si (superfície) com Compressão a Quente ( 2 passes).

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque Total (s)	Diâmetro Médio ( $\mu\text{m}$ )
Superfície	1173	(60 + 32)	1892
		(60 + 60)	1546
		(60 + 338)	1384
	1273	(60 + 32)	2162
		(60 + 60)	1877
		(60 + 338)	1238
	1373	(60 + 32)	1153
		(60 + 60)	1174
		(60 + 338)	1307

Tabela 10 - Tamanho Médio de **Grão** das Amostras de Fe-3% Si (região da espessura intermediária) com Compressão a Quente (2 passes).

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque Total (s)	Diâmetro Médio ( $\mu\text{m}$ )
Espessura Intermediária	1173	(60 + 32)	2538
		(60 + 60)	2353
		(60 + 338)	2230
	1273	(60 + 30)	2884
		(60 + 60)	1769
		(60 + 335)	1384
	1373	(60 + 32)	1153
		(60 + 60)	1453
		(60 + 338)	1536

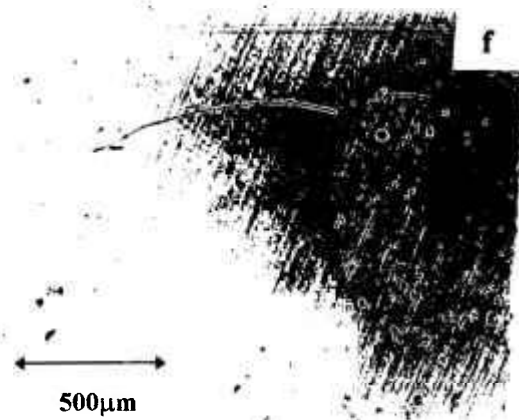
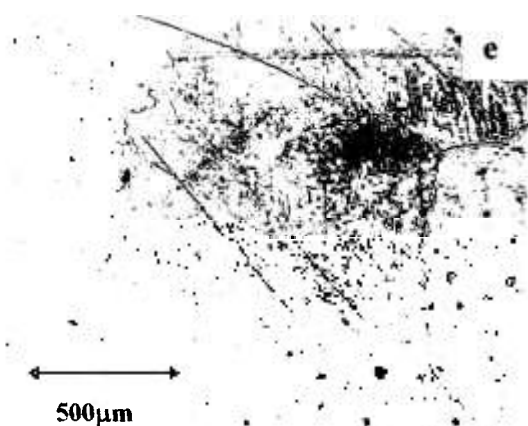
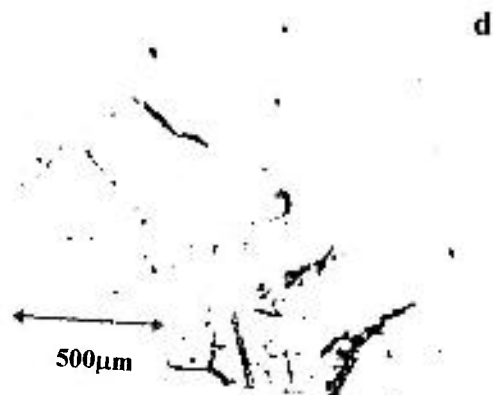
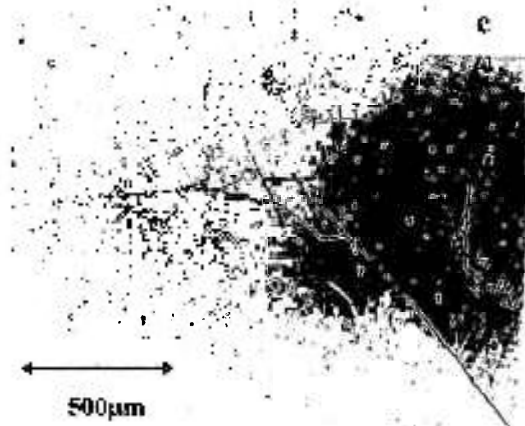
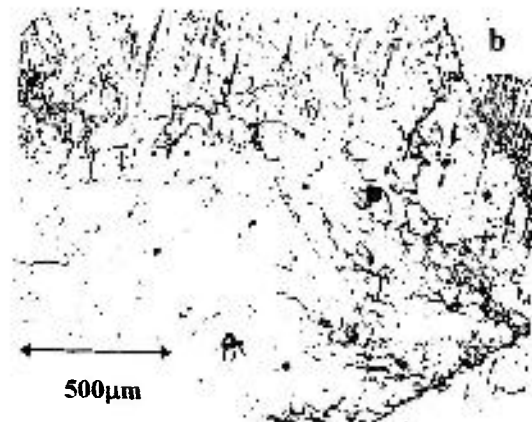
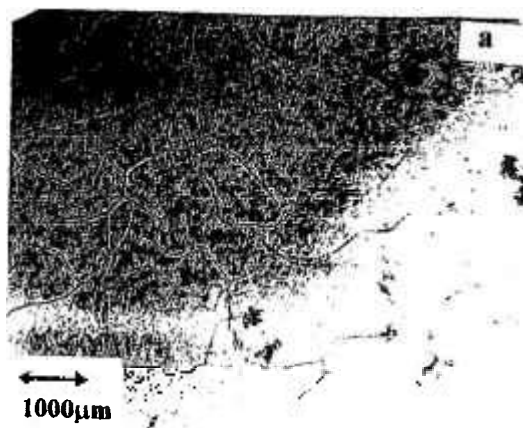


Figura 62 - Micrografias ópticas referentes às três temperaturas de ensaio e três tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da superfície).

(a) 1173 K (60 + 32)s; (b) 1173 K (60 + 338)s;

(c) 1273 K (60 + 32)s; (d) 1273 K (60 + 338)s;

(e) 1373 K (60 + 32)s; (f) 1373 K (60 + 338)s.

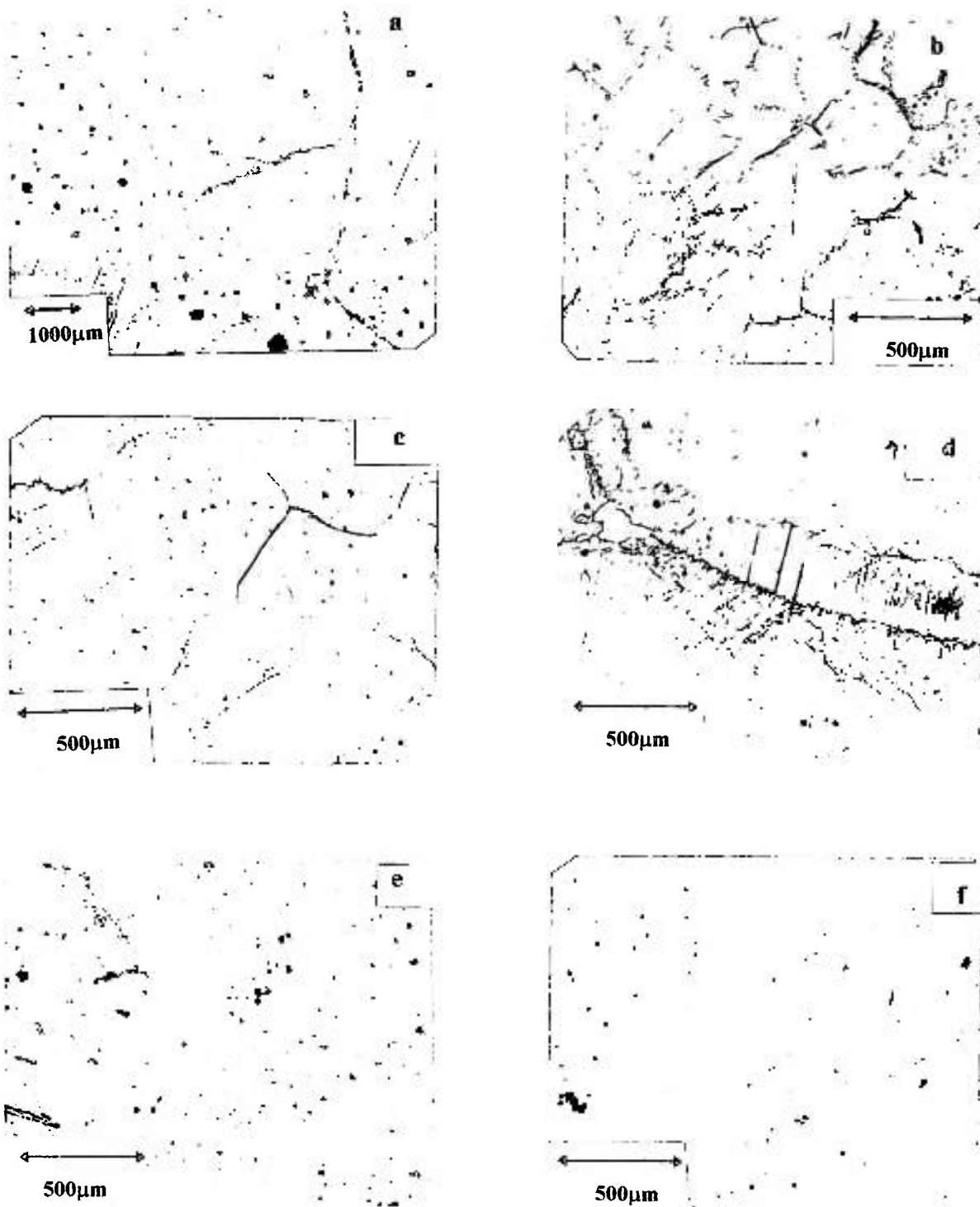


Figura 63 - Micrografias ópticas referentes às três temperaturas de ensaio e três tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

- (a) 1173 K (60 + 32 s); (b) 1173 K (60 + 338)s;  
 (c) 1273 K (60 + 32)s; (d) 1273 K (60 + 338)s;  
 (e) 1373 K (60 + 32)s; (f) 1373 K (60 + 338)s.

**IV.3.2.1.2. Análise da distribuição do tamanho do precipitado de MnS**  
**Microscopia Eletrônica de Transmissão**

A Tabela 11 e 12, mostram o tamanho médio de partículas para as amostras ensaiadas com dois passes de compressão a quente, três temperaturas diferentes e variação no tempo de encharque do segundo passe de compressão (superfície e espessura intermediária).

Tabela 11 - Tamanho Médio das **Partículas** Referentes as Amostras de Fe-3% Si (região da superfície) com Compressão a Quente (2 passes).

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque Total (s)	Tamanho Médio de Partícula (nm)
Superfície	1173	(60 + 32)	16,0
		(60 + 60)	20,0
		(60 + 338)	29,0
	1273	(60 + 32)	9,0
		(60 + 60)	9,0
		(60 + 338)	9,5
	1373	(60 + 32)	13,0
		(60 + 60)	11,5
		(60 + 338)	13,0

Tabela 12 - Tamanho Médio das **Partículas** Referentes as Amostras de Fe-3%Si (região da espessura intermediária) com Compressão a Quente (2 passes).

Região de Análise	Temperatura (K)	Tempo de Encharque Total (s)	Tamanho Médio das Partículas (nm)
Espessura Intermediária	1173	(60 + 32)	8,0
		(60 + 60)	20,5
		(60 + 338)	19,0
	1273	(60 + 32)	22,0
		(60 + 60)	23,0
		(60 + 338)	20,0
	1373	(60 + 32)	18,0
		(60 + 60)	18,0
		(60 + 338)	6,5

Analisando-se a Tabela 11 e as Figuras 64 a 72, que mostram micrografias eletrônicas de transmissão para as temperaturas de ensaio e tempos de encharque com respectivo gráfico de distribuição de tamanho e quantidade (região da superfície) de partículas, observa-se que o seu diâmetro está no intervalo de 10 a 30 nm nas três temperaturas de ensaio, sugerindo que para tempos crescentes de encharque, o processo de compressão a quente produz arranjos celulares formando subgrãos que funcionariam como núcleos de precipitação o que pode ser observado nas Figuras 68, 71 e 74 onde nota-se maior quantidade de partículas de MnS nas temperaturas estudadas, assim as partículas estariam agrupando-se em colônias de precipitados menores ocorrendo a inibição do crescimento do grão na superfície, conforme a literatura pertinente <sup>(13)</sup>.

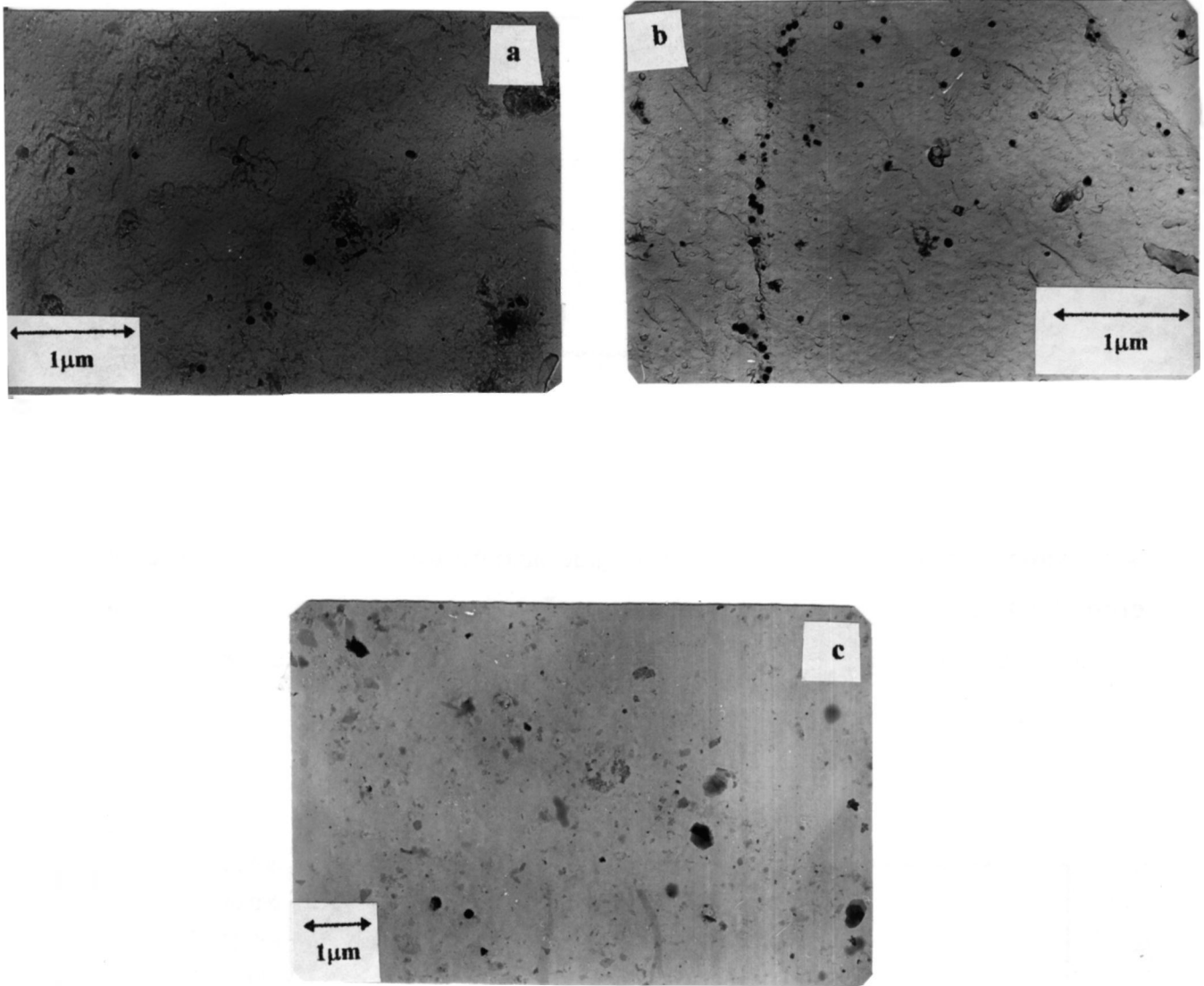


Figura 64 - Micrografias eletrônicas de transmissão referentes a temperatura de ensaio de 1173 K e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da superfície).

(a) 1173K, (60 + 32s); (b) 1173K, (60 + 60s); (c) 1173K, (60 + 338s).

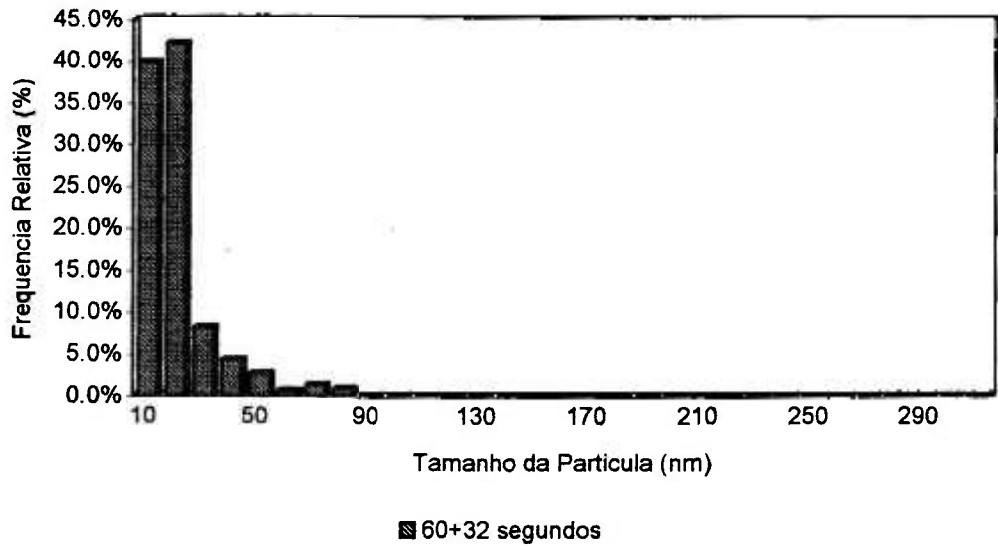


Figura 65(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 32 segundos no segundo passe de compressão (região da superfície).

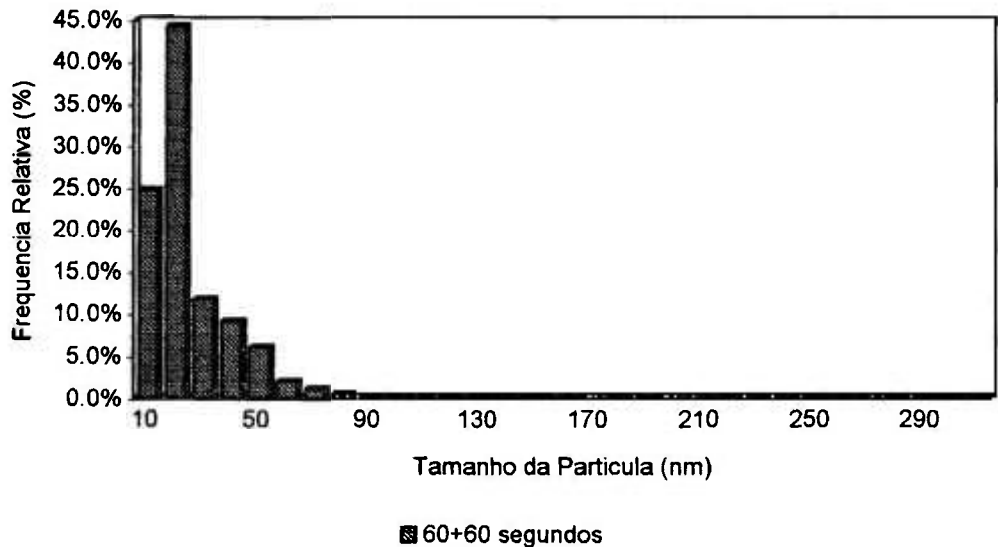


Figura 65(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 60 segundos no segundo passe de compressão (região da superfície).

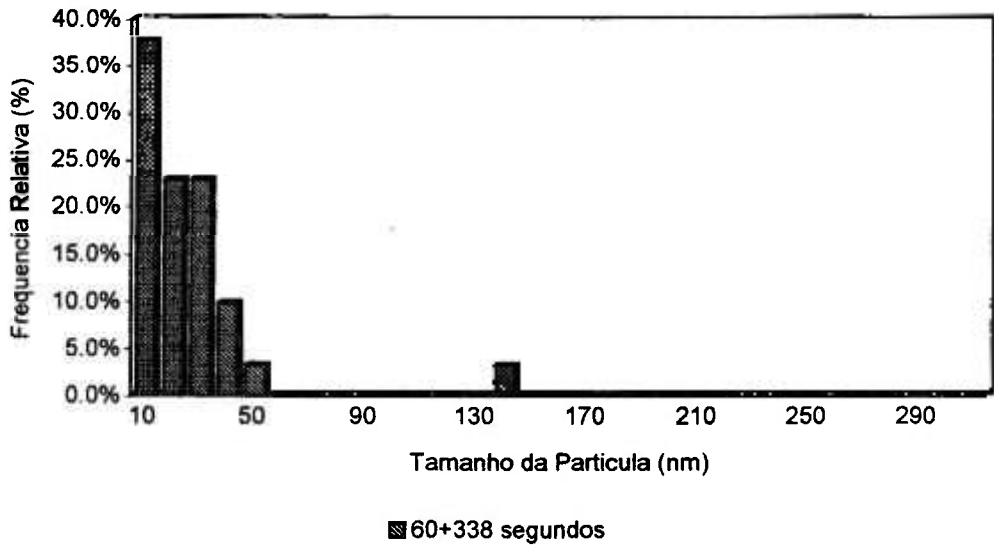


Figura 65(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 338 segundos no segundo passe de compressão (região da superfície).

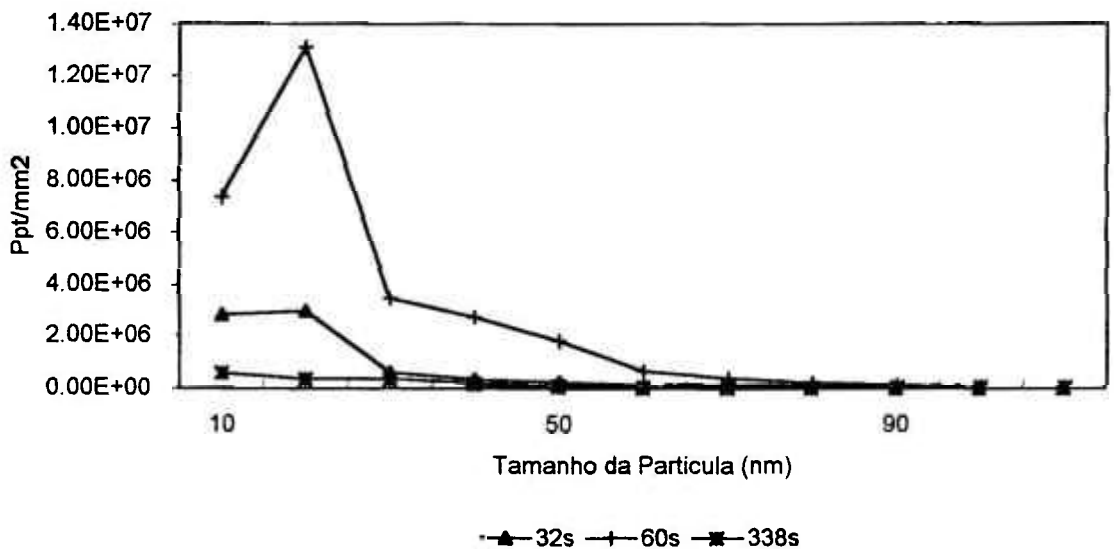


Figura 66 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e três tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da superfície).

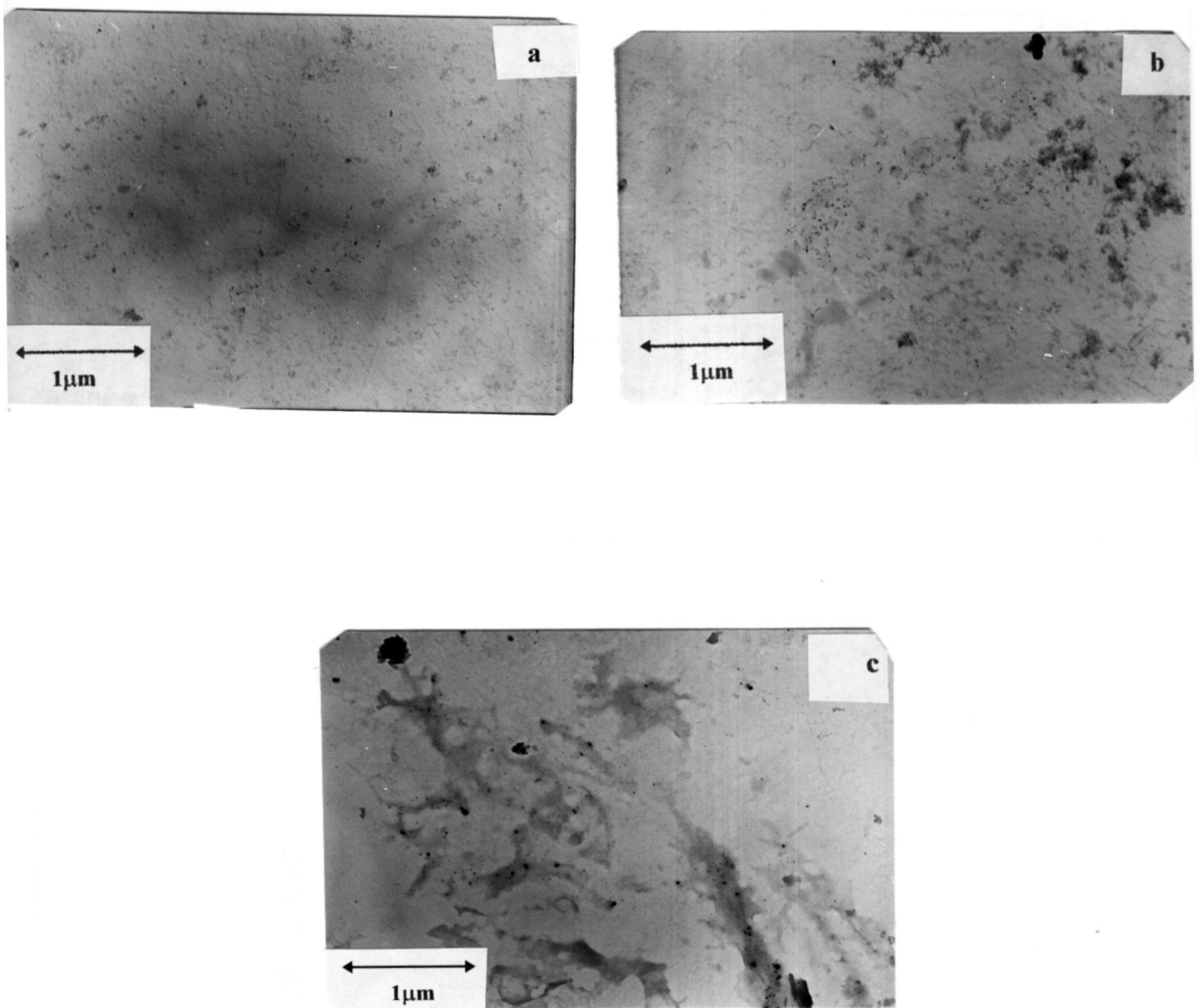


Figura 67 - Micrografias eletrônicas de transmissão referentes à temperatura de ensaio de 1273 K e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da superfície).

(a) 1273K, (60 + 32s); (b) 1273K, (60 + 60s); (c) 1273K, (60 + 338s).

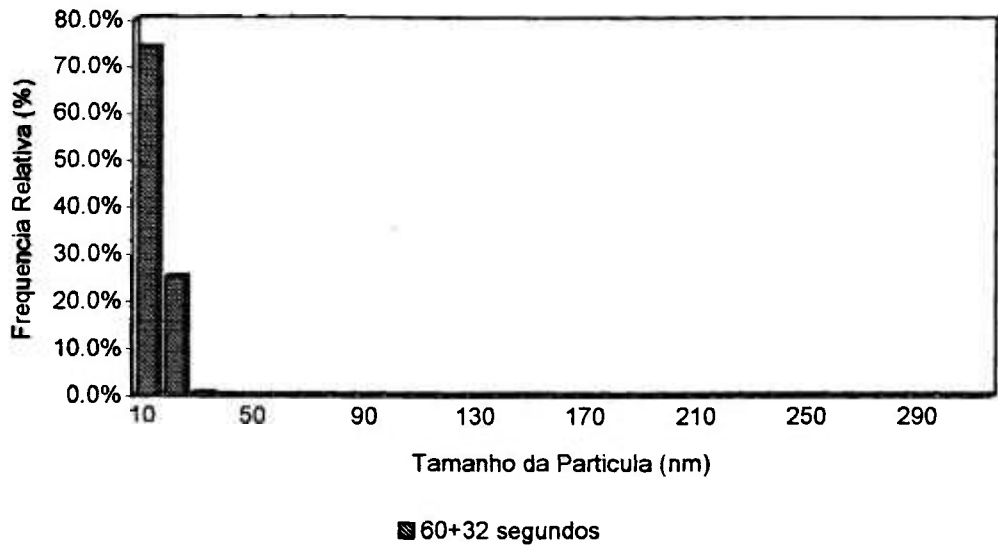


Figura 68(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 32 segundos no segundo passe de compressão (região da superfície).

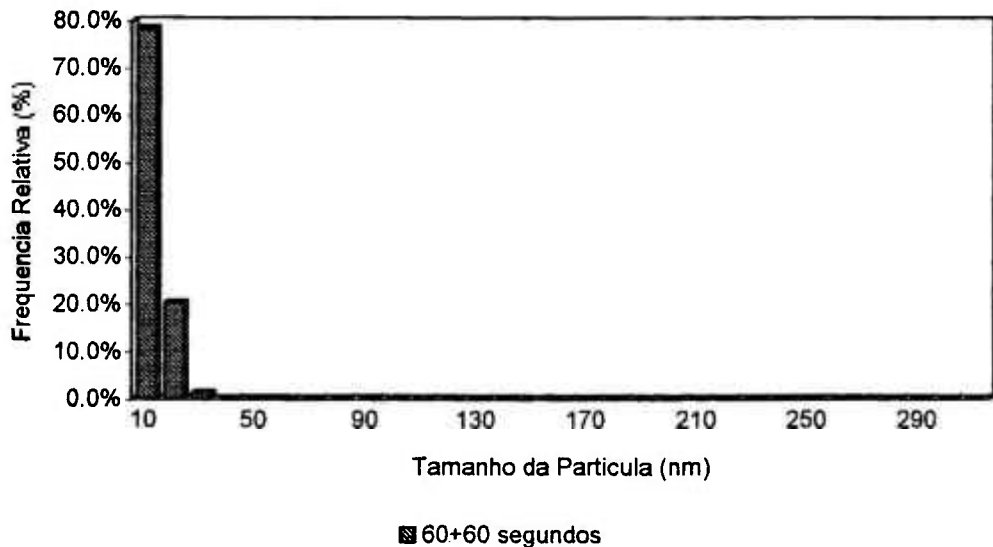


Figura 68(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 60 segundos no segundo passe de compressão (região da superfície).

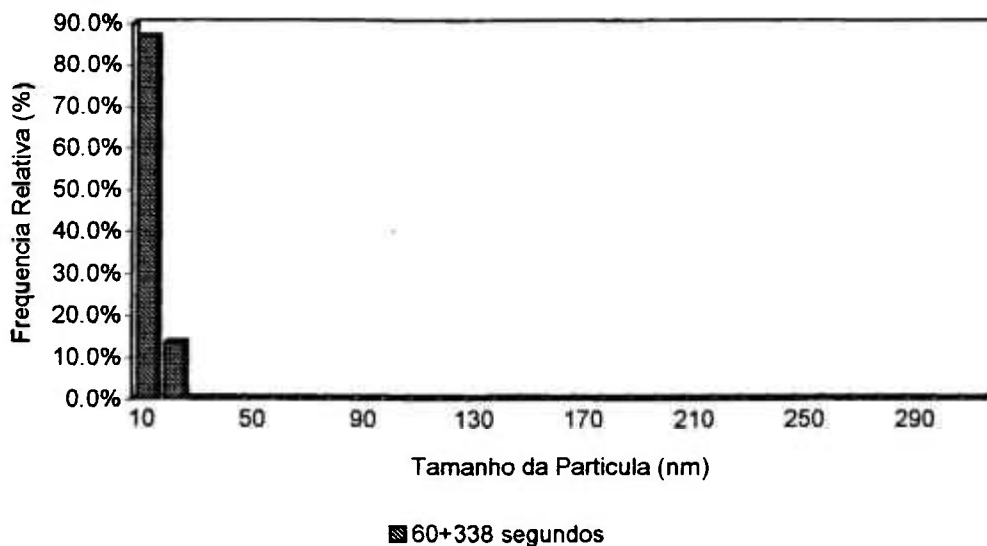


Figura 68(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 338 segundos no segundo passe de compressão (região da superfície).

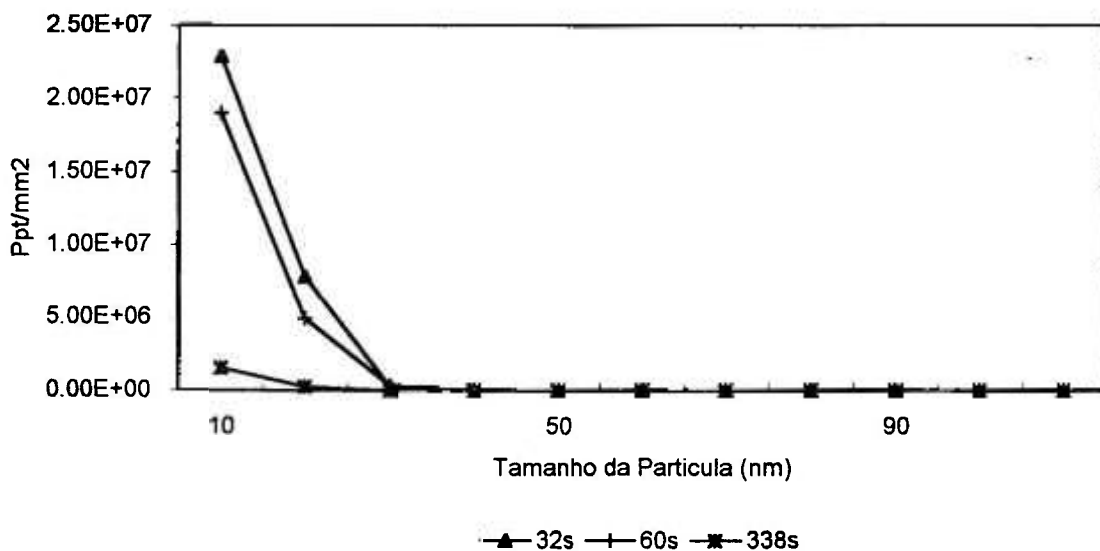


Figura 69 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e três tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da superfície).

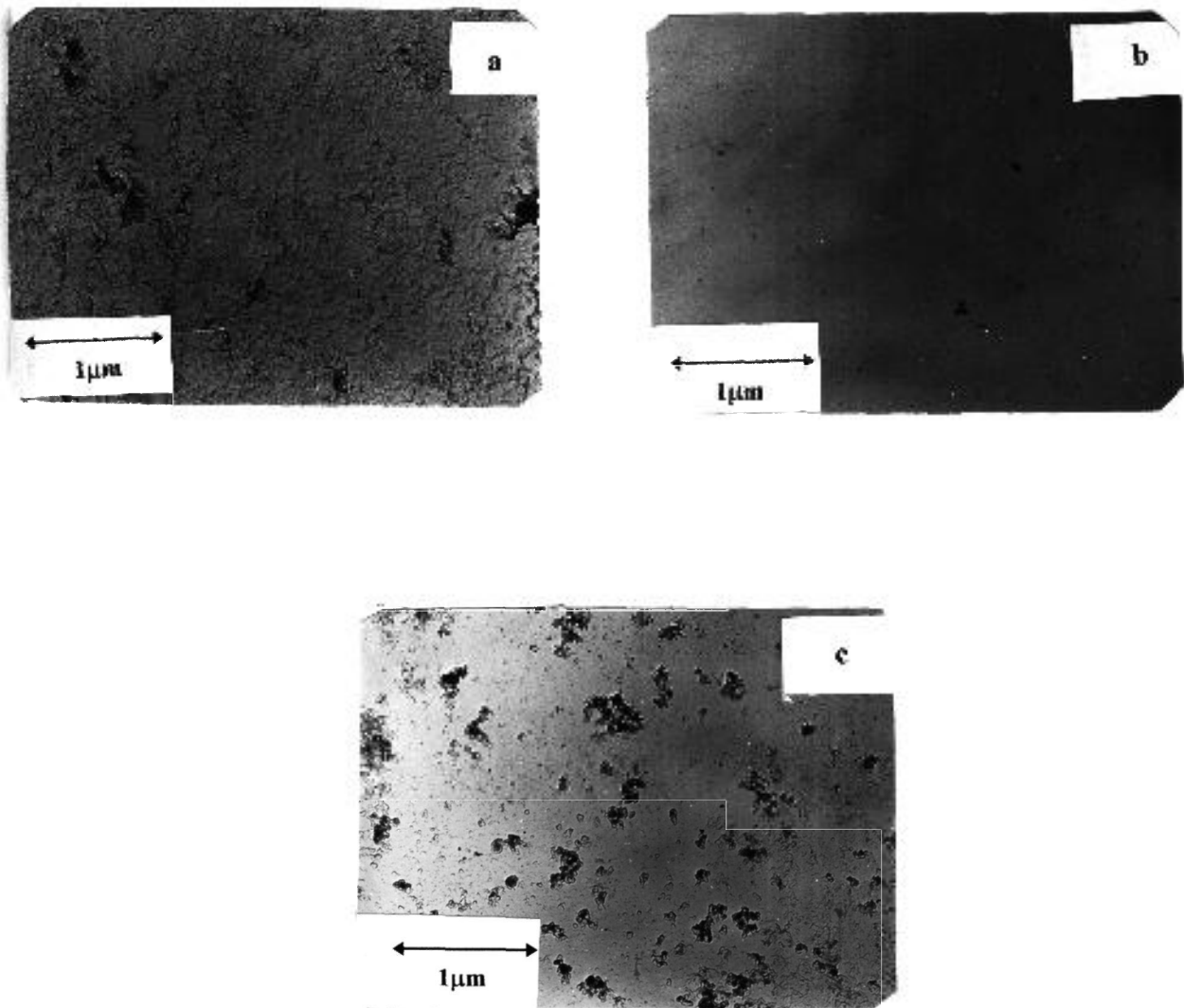


Figura 70 - Micrografias eletrônicas de transmissão referentes à temperatura de ensaio de 1373 K e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da superfície).

(a) 1373K, (60 + 32s); (b) 1373K, (60 + 60s); (c) 1373K, (60 + 338s).

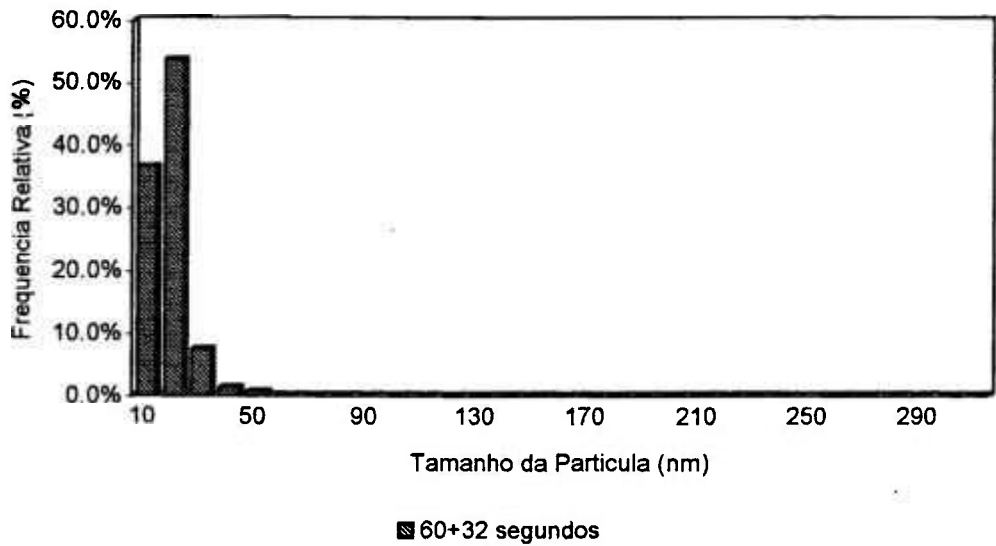


Figura 71(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 32 segundos no segundo passe de compressão (região da superfície).

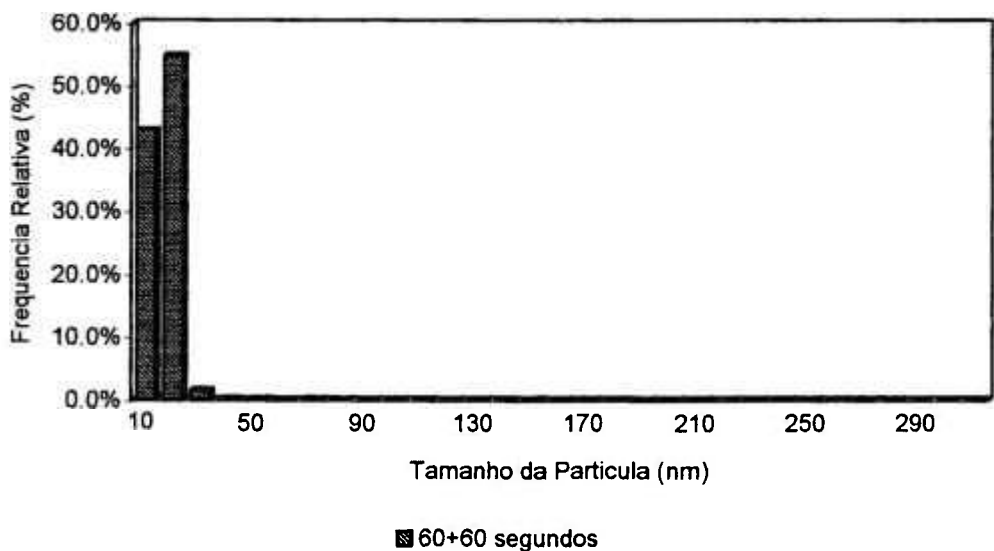


Figura 71(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 60 segundos no segundo passe de compressão (região da superfície).

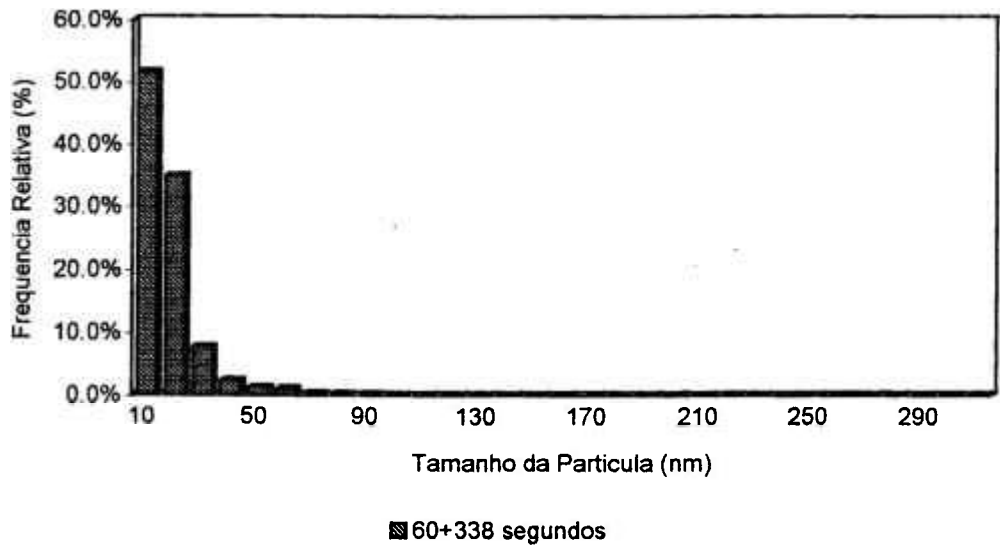


Figura 71(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 338 segundos no segundo passe de compressão (região da superfície).

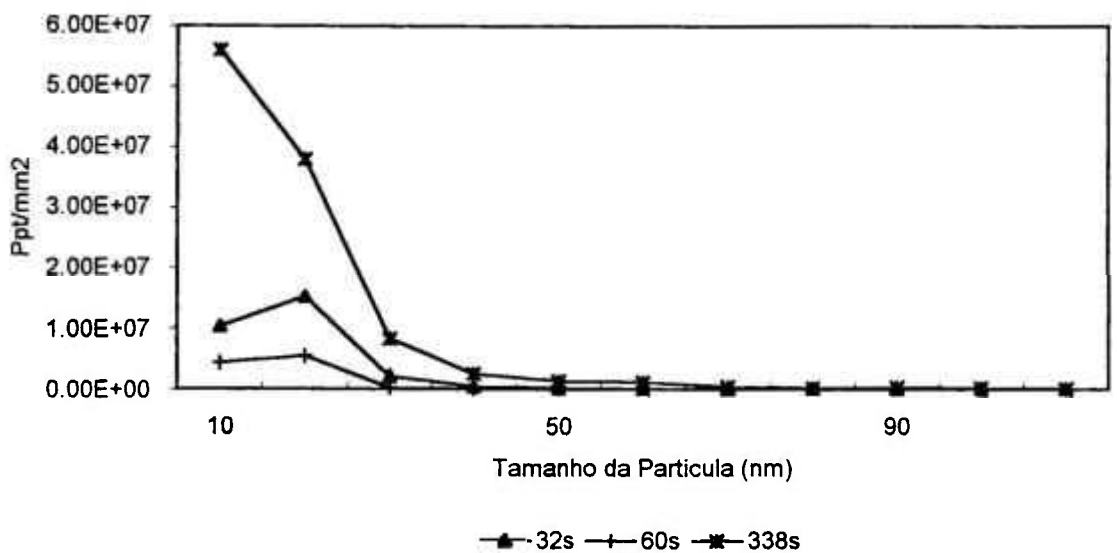


Figura 72 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e três tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da superfície).

Analisando-se a Tabela 12 e as Figuras 73 a 81, que mostram micrografias eletrônicas referentes às amostras com três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão e respectivo gráfico de distribuição de tamanho e quantidade de partículas (região da espessura intermediária), observa-se que para a temperatura de 1173 K, há aumento do tamanho de partícula para tempos crescentes do segundo passe de compressão.

Sugere-se que, para as temperaturas mais baixas, as partículas estejam se precipitando preferencialmente em subcontornos e discordâncias, como as temperaturas são baixas, as discordâncias e outros defeitos ainda permanecem no interior do grão depois da deformação, e assim aumenta a possibilidade da criação de novos sítios havendo grande quantidade de precipitados como pode ser observado na Figura 75.

A tendência de haver nucleação em discordâncias, nas temperaturas mais baixas, deve-se ao fato de a densidade de discordâncias ser alta neste caso, implicando uma alta densidade de sítios de nucleação.

Para a temperatura de 1273 K, observa-se que o tamanho da partícula permanece praticamente constante e quantidade de precipitados é maior para tempos crescentes de encharque, Figura 79. Para a temperatura de 1373 K, há diminuição do tamanho e da quantidade de precipitados para tempos crescentes do segundo passe de compressão.

Sugere-se dois possíveis mecanismos que poderiam explicar o comportamento de precipitação:

1. Em temperaturas altas, há deformação do material produzindo arranjos celulares, que prossegue com a formação de subcontornos transformando-se ao final em contornos de grão. Durante o processo de formação do arranjo celular há maior possibilidade de precipitação de partículas; essas inibiram o crescimento dos subcontornos e conseqüentemente teríamos grãos de menor tamanho.

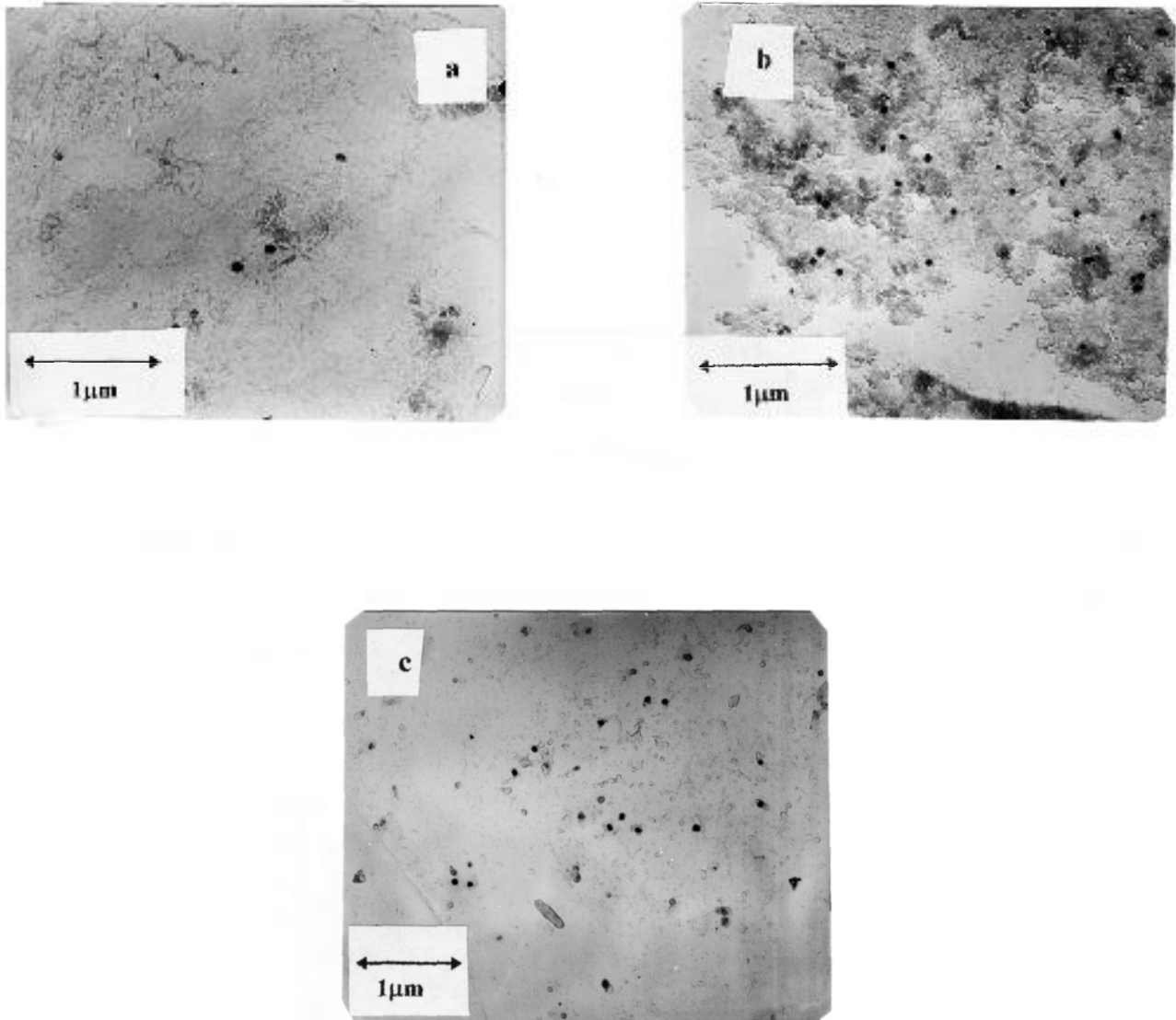


Figura 73 - Micrografias eletrônicas de transmissão referentes a temperatura de ensaio de 1173 K e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

(a) 1173K, (60 + 32s); (b) 1173K, (60 + 60s); (c) 1173K, (60 + 338s).

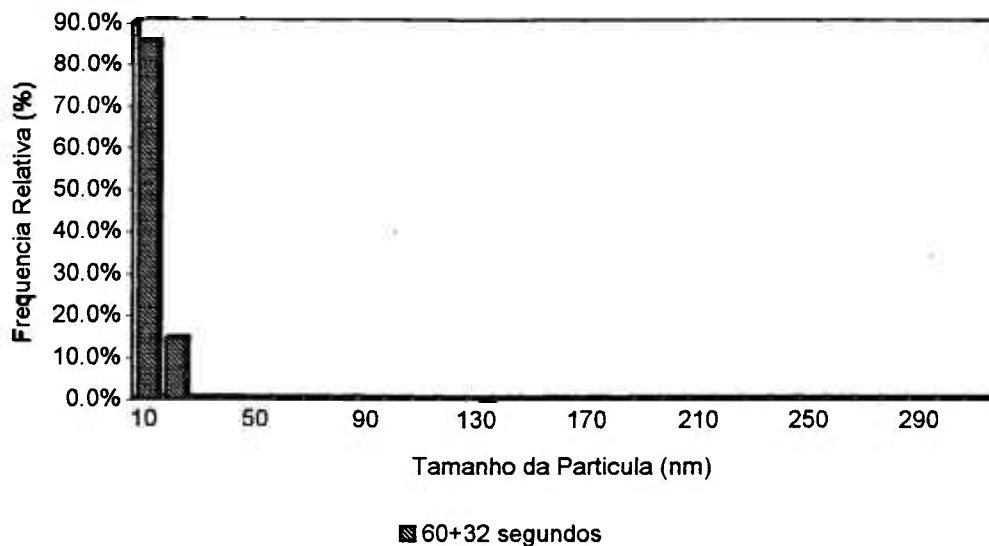


Figura 74(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 32 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

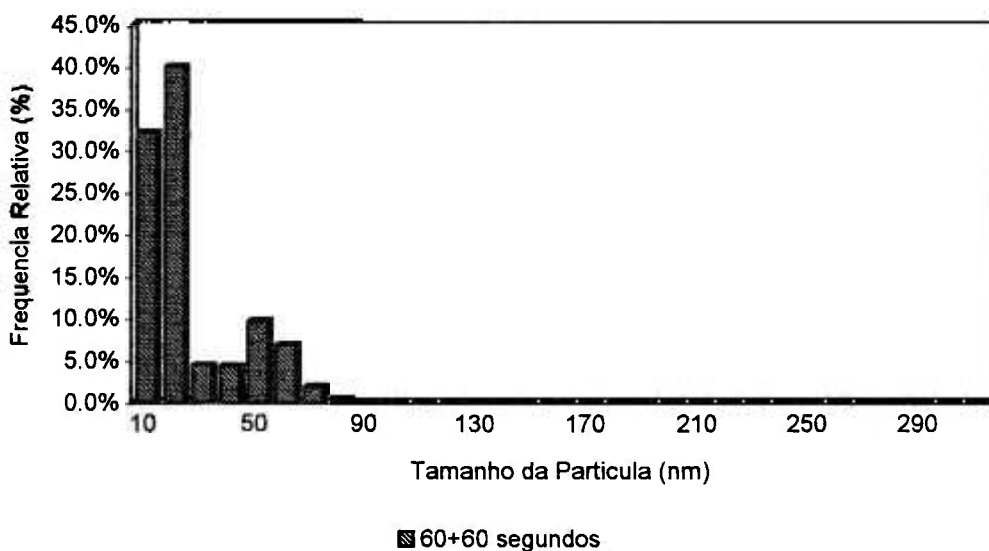


Figura 74(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 60 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

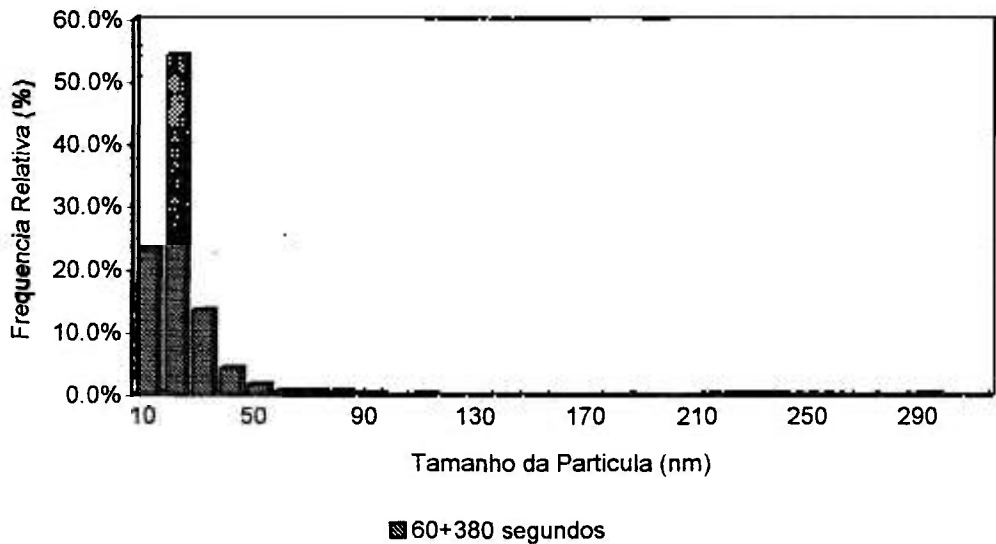


Figura 74(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e tempo de encharque de 338 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

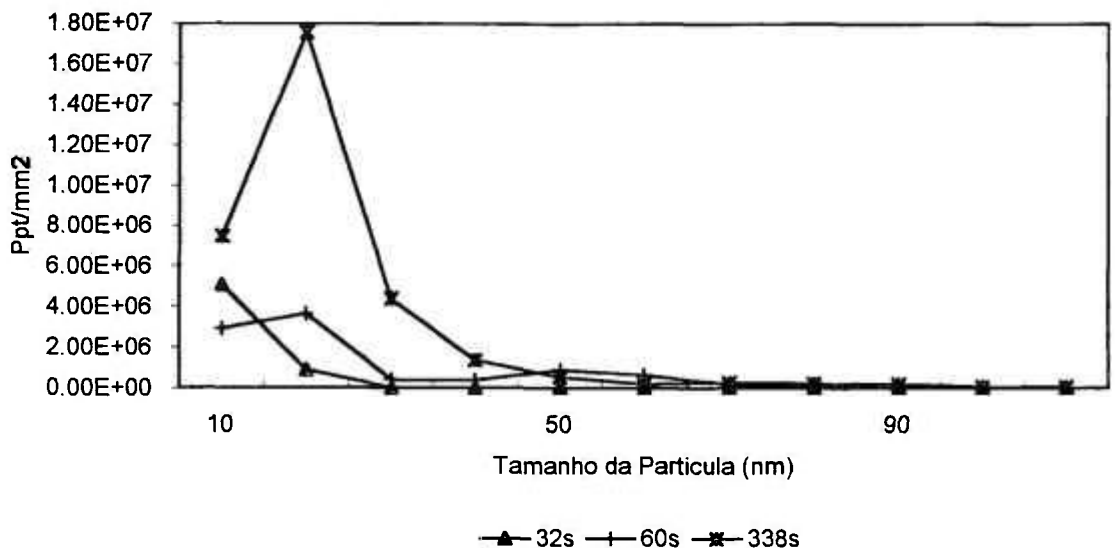


Figura 75 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1173 K e três tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

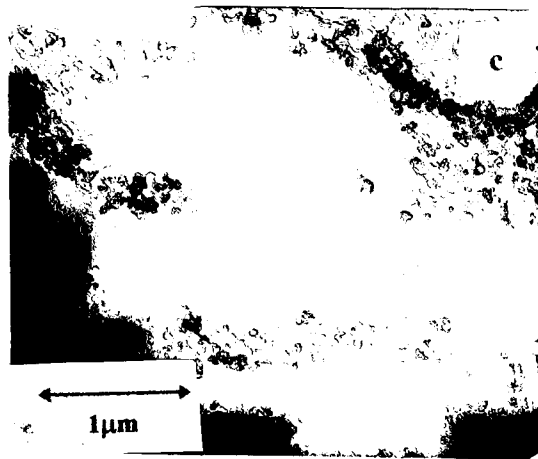
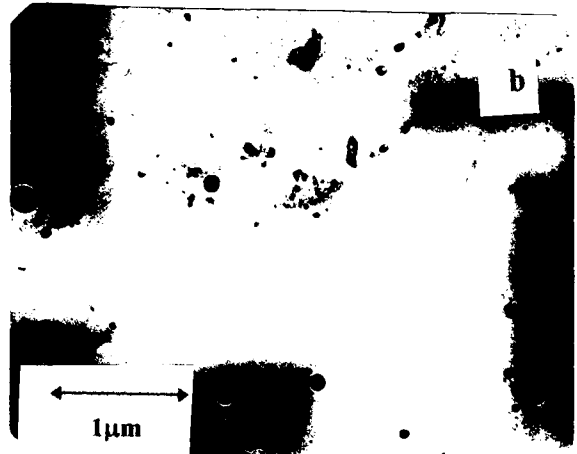
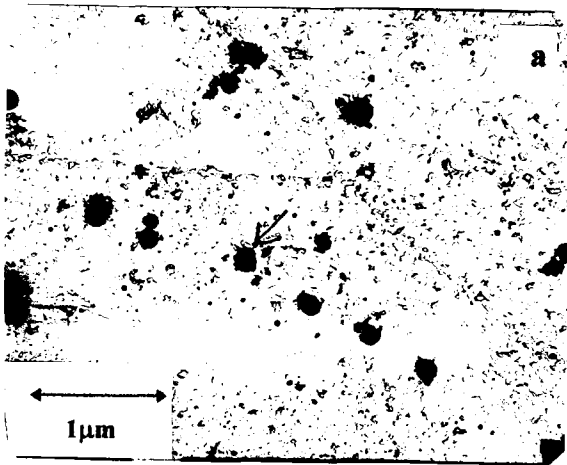


Figura 76 - Micrografias eletrônicas de transmissão referentes à temperatura de ensaio de 1273 K e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

(a) 1273K, (60 + 32s); (b) 1273K, (60 + 60s); (c) 1273K, (60 + 338s).

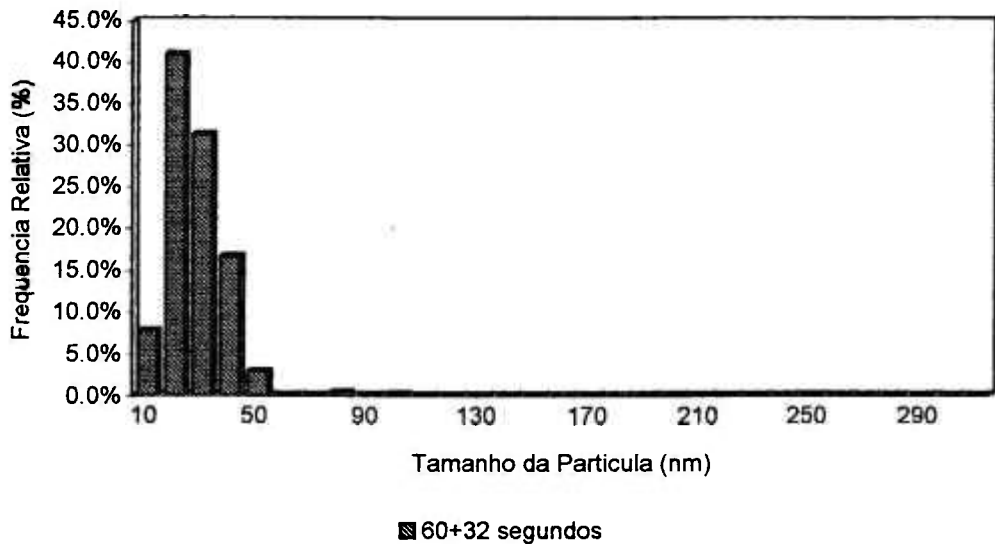


Figura 77(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 32 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

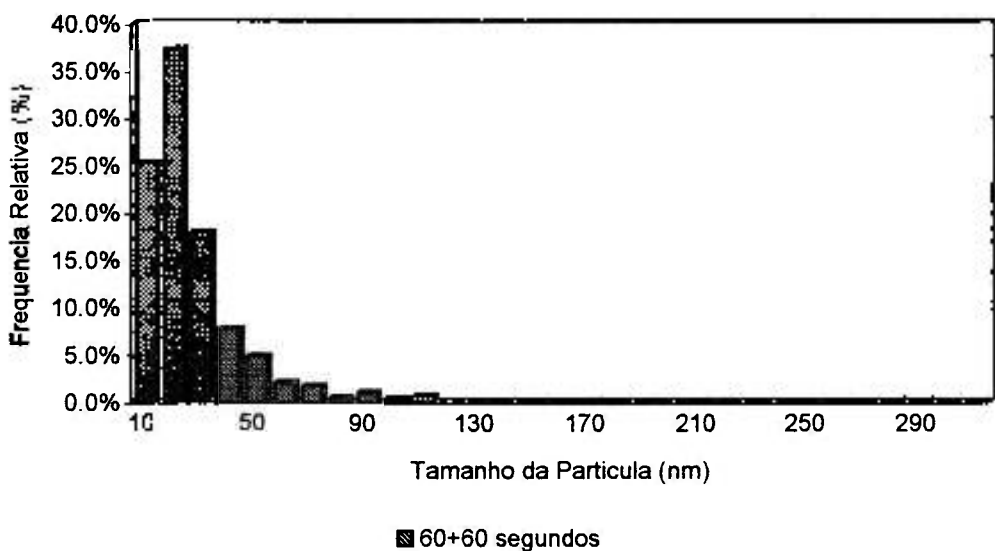


Figura 77(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 60 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

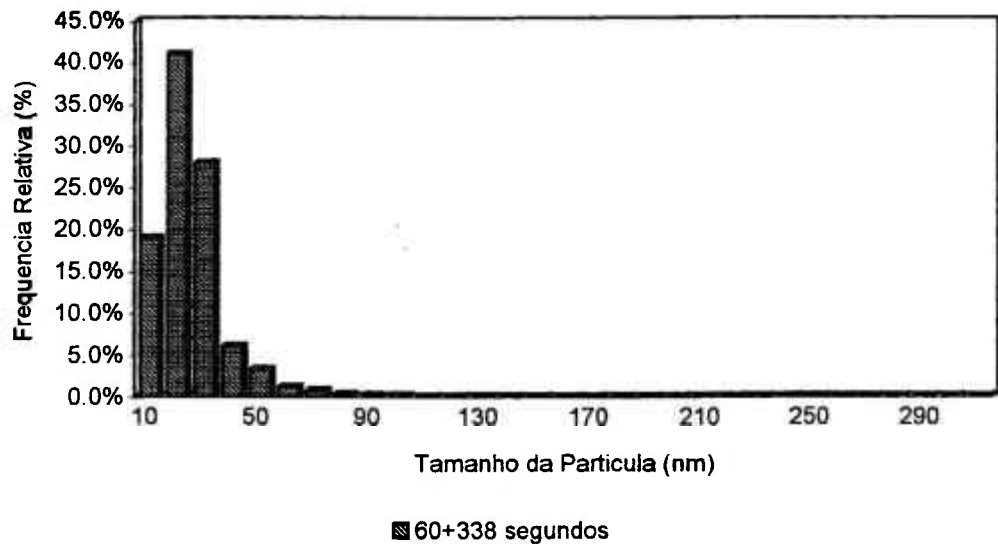


Figura 77(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e tempo de encharque de 338 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

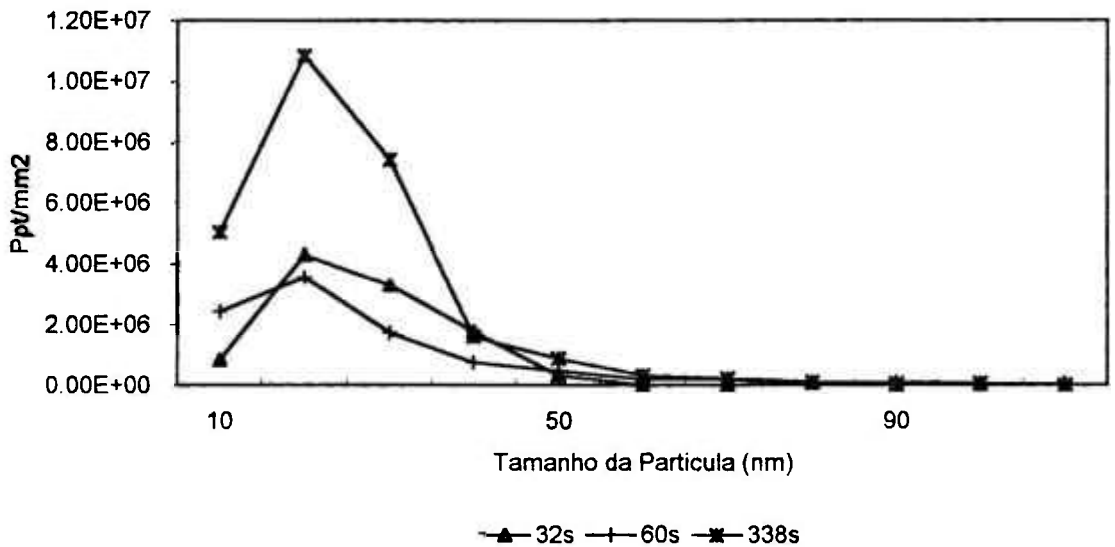


Figura 78 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1273 K e três tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

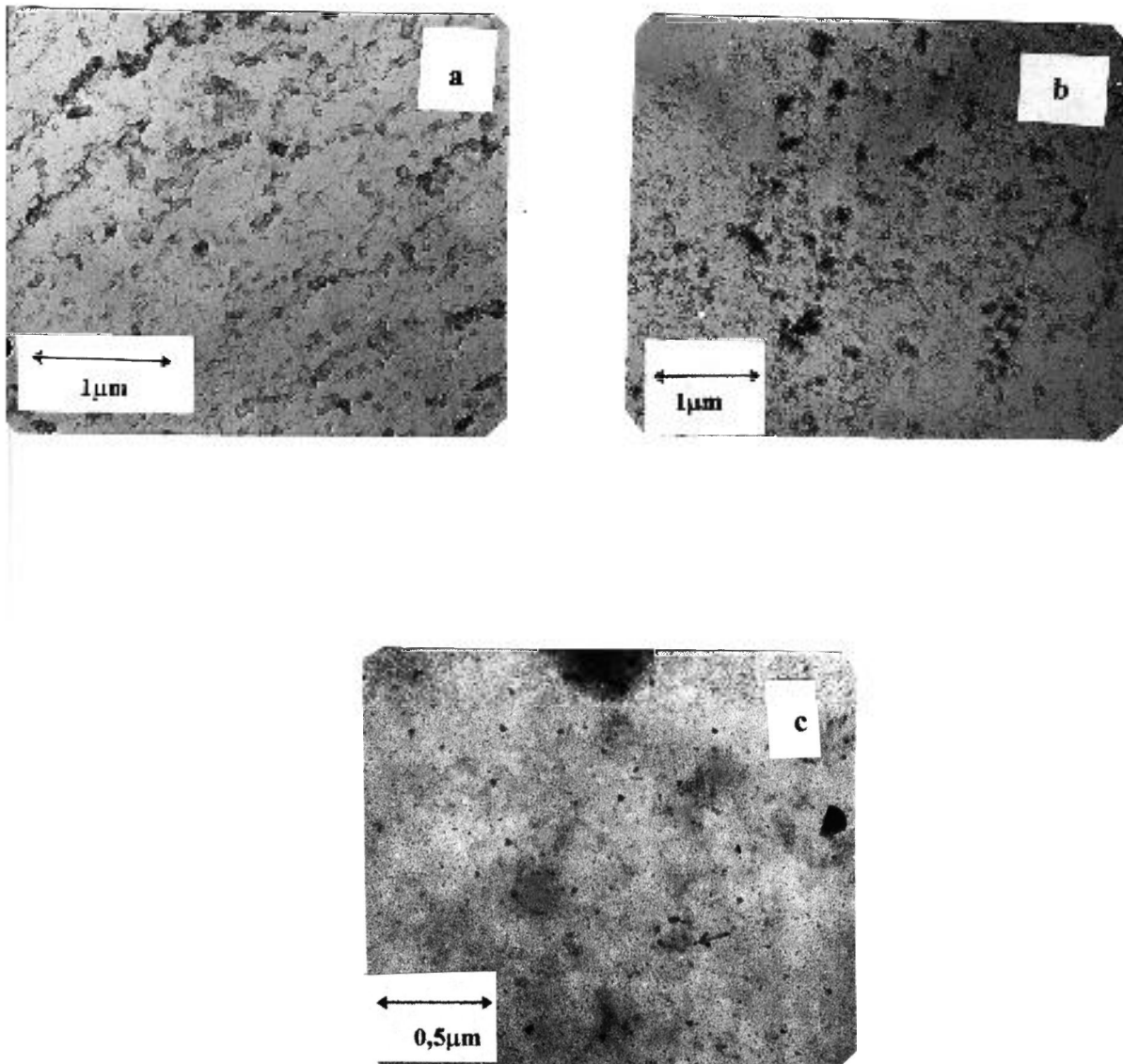


Figura 79 - Micrografias eletrônicas de transmissão referentes à temperatura de ensaio de 1373 K e três diferentes tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

(a) 1373K, (60 + 32s); (b) 1373K, (60 + 60s); (c) 1373K, (60 + 338s).

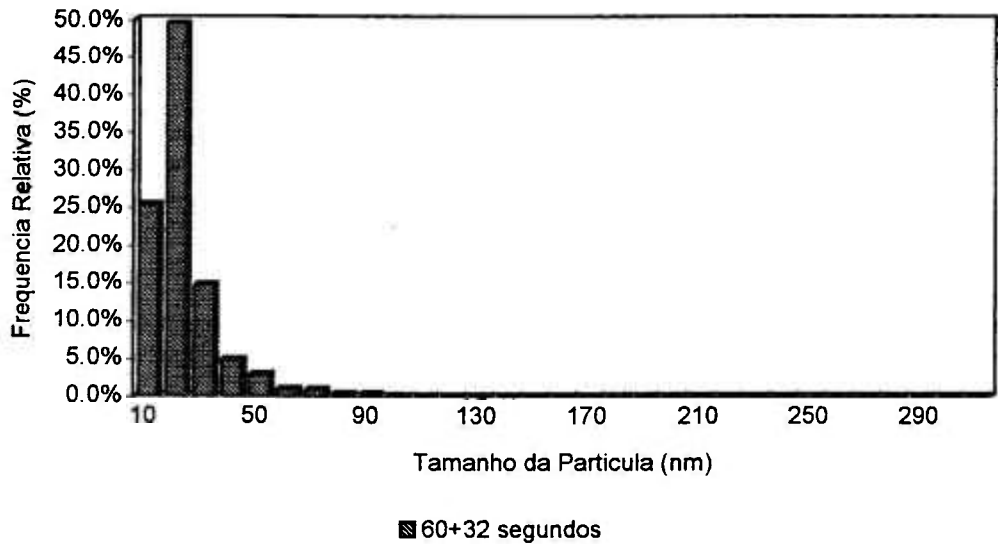


Figura 80(a) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 32 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

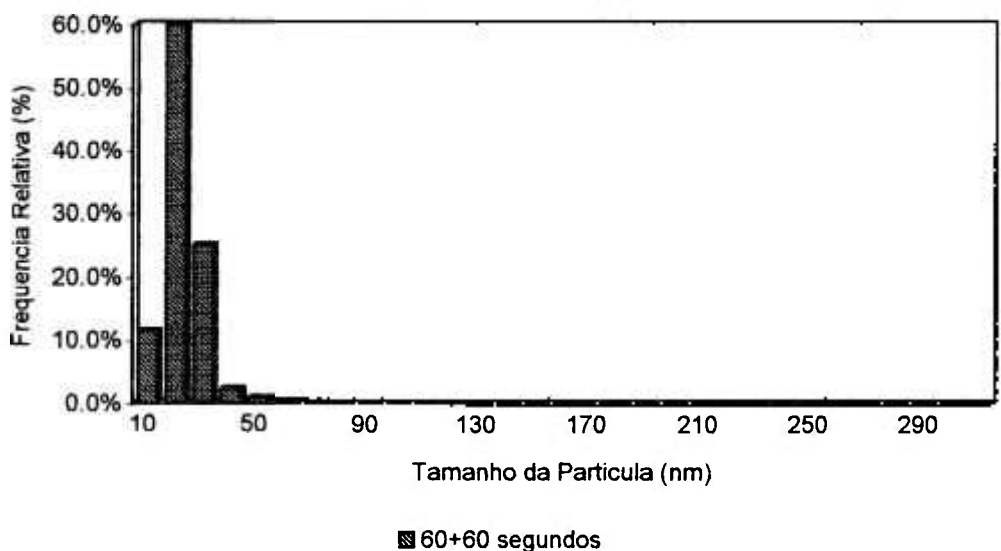


Figura 80(b) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 60 segundos no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

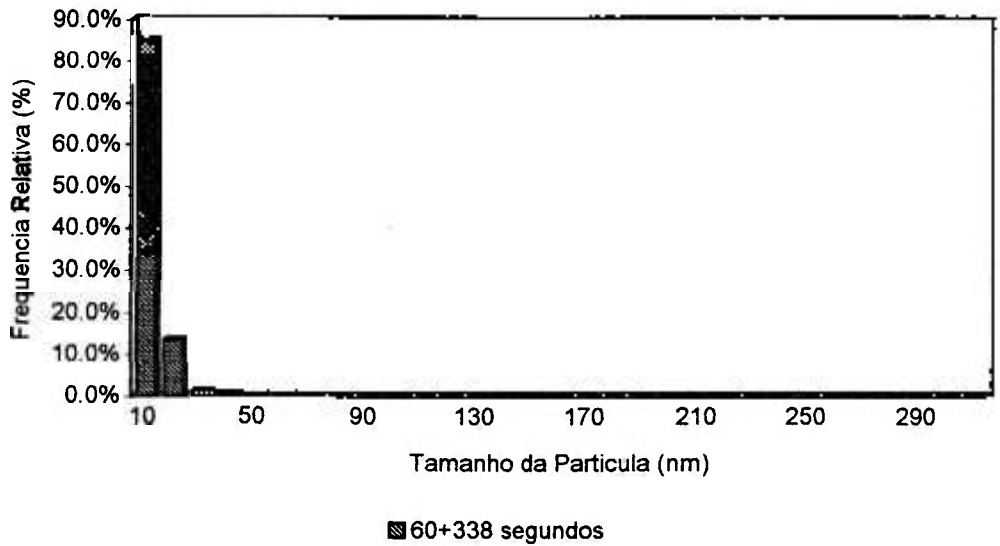


Figura 80(c) - Histograma de distribuição do tamanho de partículas referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e tempo de encharque de 338 segundos no segundo passe de compressão. (região da espessura intermediária).

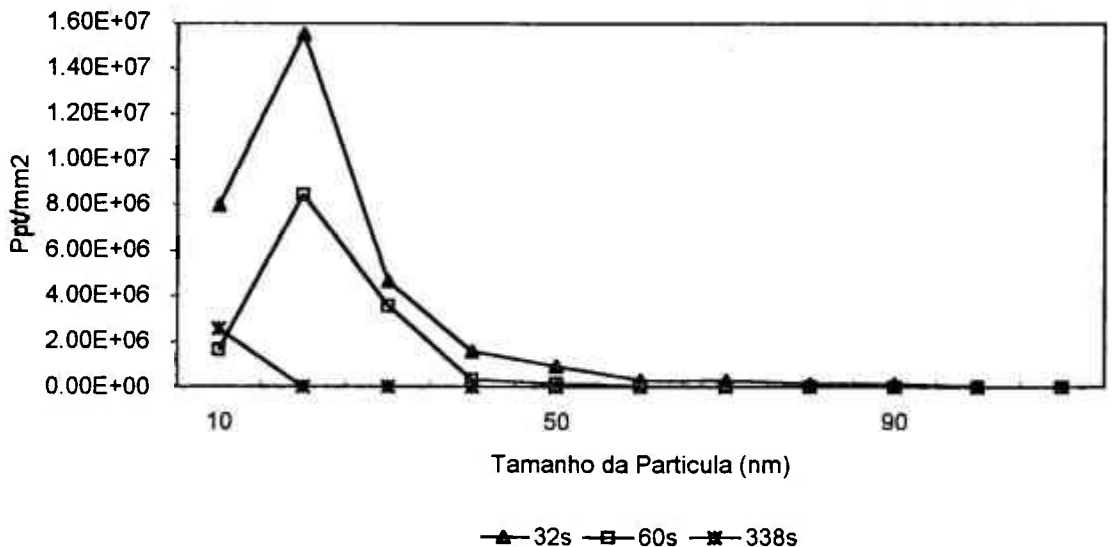


Figura 81 - Quantidade de partículas de MnS referente a amostra com ensaio de compressão a quente a 1373 K e três tempos de encharque no segundo passe de compressão (região da espessura intermediária).

2. Quando temos ensaio de compressão a quente com dois passes de deformação, pode estar havendo interpenetração da chamada zona de fluxo restringido nessas temperaturas estudadas o que deixa o material com menor número de defeitos e possivelmente com maior amolecimento. Havendo esta interpenetração, haverá menor deformação final com conseqüente diminuição na formação de defeitos (arranjos celulares). Assim será menor o número de sítios de nucleação, implicando em uma quantidade menor de precipitados facilitando a migração do contorno e resultando em grãos maiores.

Com os resultados obtidos neste trabalho sugere-se que para temperaturas mais altas está havendo interpenetração de zona de fluxo restringido. Comparando-se as Figura 72 e 81 não há grande quantidade de precipitação de partículas na espessura intermediária da amostra (podendo também adicionalmente dissolução de partículas), conseqüentemente teremos um maior tamanho de grão nessa região. Essa variação pode ser observada nas Figuras 64, 67, 70, 73, 76 e 79 (vide Tabelas 5.4b do Capítulo V).

#### **IV.4. IDENTIFICAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE MnS**

As partículas de MnS foram identificadas a partir de amostras preparadas por técnica de extração de precipitados por réplica de carbono. A Figura 82, mostra o espectro de EDS; observam-se os picos de Mn e S associados com as partículas formadas no aço estudado. Além desses picos, nota-se a presença de Si, C, Cu e Fe; o Si e Fe são elementos da matriz; o C e Cu são devido ao método utilizado para preparação da amostra (artefactos de preparação).

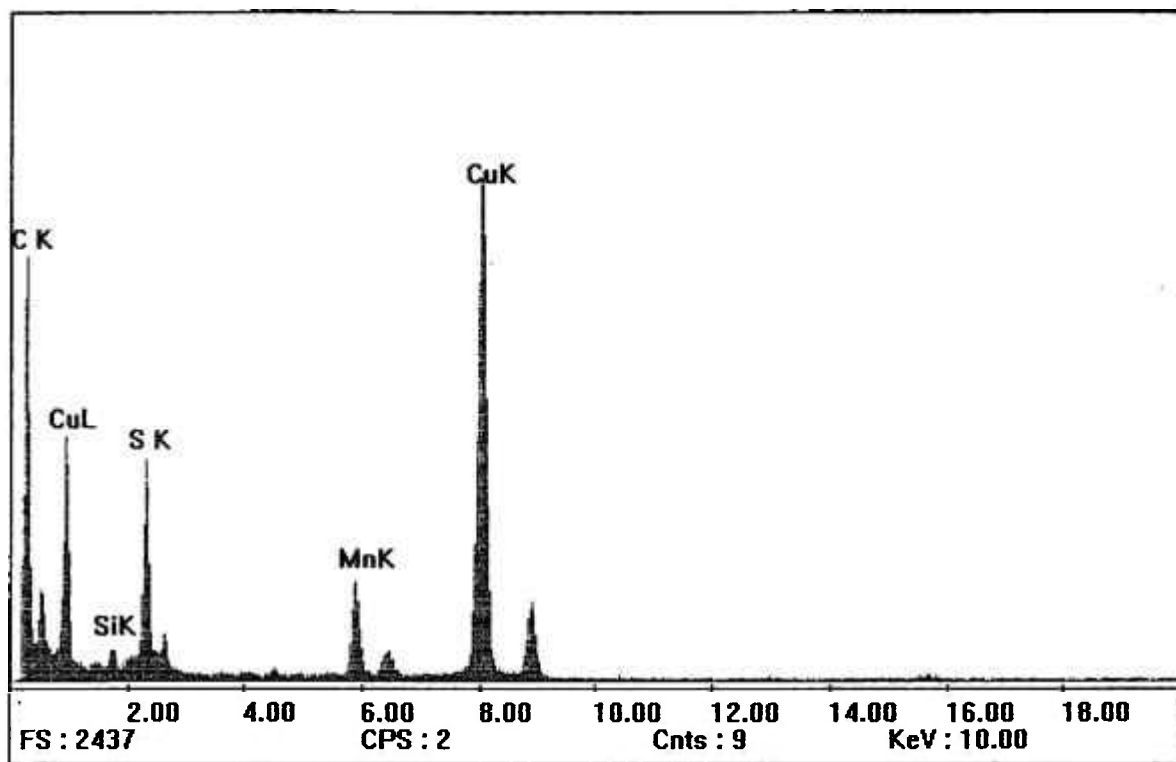


Figura 82 - Espectro de EDS, mostrando os picos de S e Mn na amostra Fe-3%Si.

## **V. CONCLUSÕES**

### **V.1. ENSAIO DE LAMINAÇÃO A QUENTE**

Os precipitados de MnS inibem o crescimento normal de grão, ocorrendo assim um processo de crescimento seletivo desses grãos, sendo esse fato função da orientação cristalográfica.

Observando-se os resultados de MET, temos que os precipitados de MnS apresentam-se em maior quantidade na região intermediária da amostra, e conseqüentemente menor tamanho médio da partícula comparado com a camada superficial da amostra.

Com as medidas de difração de raios-X podemos verificar que na superfície das amostras (sem desbaste) (início, 25, 50% e final) os grãos apresentam orientação (110). Para o desbaste de 200 $\mu$ m, os grãos apresentam a orientação (110) e (100), exceto na amostra referente à parte final da tira. Este fato também ocorre para o desbaste de 400 $\mu$ m. Para o desbaste de 600 $\mu$ m todas as amostras apresentam orientação (110) e cubo (100). Para o desbaste de 800 $\mu$ m, temos uma baixa presença de grão com orientação (110), prevalecendo principalmente a orientação (100). No desbaste de 1000 $\mu$ m (metade da espessura da amostra) observa-se a forte orientação (110).

Há uma concordância destes resultados com os obtidos por MET, uma vez que encontramos precipitados de MnS em maior quantidade na região correspondente a metade da espessura da amostra inibindo o crescimento normal do grão.

## **V.2. TRATAMENTO TÉRMICO PARA SOLUBILIZAÇÃO**

As amostras sem tratamento térmico apresentam tamanho de grão homogêneo. As amostras que foram submetidas aos tratamentos térmicos a 1573K apresentaram grãos maiores para tempos crescentes de encharque.

A observação feita ao MET, mostrou precipitados para o tempo de 300 segundos, e a quantidade destes foi diminuindo para os tempos crescentes, isto está concordante com o já analisado na Microscopia Óptica, onde observou-se o crescimento do grão para tempos crescentes. Sabe-se que este crescimento do tamanho de grão é devido à dissolução dos precipitados na matriz ferrítica, conseqüentemente não há precipitados para os tempos longos (como foi constatado ao MET) e os grãos crescem.

## **V.3. ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE (1 Passe)**

Para temperaturas baixas (1173 e 1273 K), o tamanho do grão aumenta para tempos crescentes de encharque na região da superfície e região da espessura intermediária (Microscopia Óptica). Por meio de MET, observou-se que quanto ao tamanho do precipitado de MnS, comparando-se a região da superfície com a região da espessura intermediária, constata-se maior variação na superfície. Assim sendo, comparativamente, estes não estariam inibindo o crescimento do grão na superfície, ocorrendo o inverso na região da espessura intermediária.

Para temperatura alta (1373 K) há diminuição do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque nas duas regiões estudadas. Por meio de MET, observou-se que as partículas estão menores na espessura intermediária indicando que estão ancorando os subcontornos, já que em altas temperaturas há recuperação rápida da microestrutura, eliminando discordâncias e defeitos

cristalinos.

Comparando-se as duas regiões, há diminuição do tamanho de grão da região da superfície para a região da espessura intermediária em baixas temperaturas, ocorrendo o inverso para a temperatura alta, onde o grão apresenta-se maior; os precipitados apresentam-se menores na região intermediária para as três temperaturas estudadas. Para baixas temperaturas, a microestrutura permanece com defeitos cristalinos ocorrendo precipitação de partículas. Para altas temperaturas pode haver dissolução total ou parcial das partículas de MnS e/ou dissolução parcial dos sítios preferenciais de nucleação, não ocorrendo precipitação dos sulfetos de manganês e, conseqüentemente, os grãos apresentam-se maiores, de acordo com a literatura <sup>(13)</sup>.

#### **V.4. ENSAIO DE COMPRESSÃO A QUENTE (2 Passes)**

Para as temperaturas de 1173 e 1273 há diminuição do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque no segundo passe de deformação na região da superfície e região da espessura intermediária (Microscopia Óptica). Constatou-se por meio de MET, que o tamanho médio da partícula de MnS está no intervalo de 8 a 30 nm, diminuindo da superfície para a espessura intermediária para a temperatura de 1173 K, conforme a literatura a precipitação ocorre preferencialmente em discordâncias ou em defeitos cristalinos.

Para a temperatura de 1273 K, o tamanho da partícula manteve-se constante, para tempos crescentes a quantidade de partículas é maior na superfície, conforme Figura 69, aumentando o tamanho dessa da superfície para a espessura intermediária, sugerindo que as partículas também estariam precipitando em discordância e defeitos na superfície, enquanto que, na região da espessura intermediária ocorrem coalescimento de partículas através de

mecanismos de difusão via contorno de grão.

Para a temperatura de 1373 K, houve aumento do tamanho de grão para tempos crescentes de encharque do segundo passe de deformação (região da superfície e região da espessura intermediária). Por meio de MET, observou-se que o tamanho da partícula de MnS aumentou da superfície para a espessura intermediária, sugerindo que pode haver interpenetração da zona de fluxo restringido, não havendo portanto deformação que implicaria em defeitos e portanto precipitação, conseqüentemente os grãos são maiores.

Comparando-se as duas regiões há aumento do tamanho médio de grão da região da superfície para a região da espessura intermediária, indicando que na região da espessura intermediária há menor precipitação devido à ocorrência de interpenetração da zona de fluxo restringido.

Com o ensaio de compressão foi possível estabelecer parâmetros microestruturais para subsidiar melhorias na produção industrial do aço Fe-3% Si. Na compressão não está claro, pois os processos são diferentes. Pode-se dizer que o estudo contribui para o entendimento da precipitação, em processo reversível. O tamanho da partícula de MnS apresentou-se menor na região da espessura intermediária nos processos de laminação e compressão a quente com um passe de deformação; no ensaio de compressão com dois passes de deformação pode ter havido interpenetração da zona de fluxo restringido e ou dissolução de sítios de nucleação e neste caso, sugere-se que novos estudos de simulação sejam feitos diminuindo a porcentagem de redução da altura do corpo de prova, possibilitando a análise da influência da altura com interpenetração de zona de fluxo restringido.

Enfatizando que nenhum trabalho comparativo (de acordo com a literatura atual) entre ensaios foi feito, este torna-se uma contribuição inédita de simulação de laminação a quente (Processo Steckel).

## V.5. RESUMO ESQUEMÁTICO DA VARIAÇÃO DE PARÂMETROS ESTUDADOS NOS TIPOS DE ENSAIO

Será utilizada a seguinte nomenclatura:

S = região da superfície.

El = região da espessura intermediária.

$\Phi$  = diâmetro médio.

TP = tamanho de partícula.

### V.5.1.a. Laminação a Quente (Esquema Qualitativo)

Quantidade de Partículas	Região da Amostra	Tamanho de Partícula
menor	S	maior
maior	El	menor

### V.5.1.b. Laminação a Quente (Esquema Quantitativo)

Localização Tira (% do início)	$\Phi$ (nm)	
	S	EL I
0	59	31
25	60	55
50	79	31
100	83	24

### V.5.2.a. Solubilização (Esquema Qualitativo)

Quantidade de Partículas	Tempo de Encharque (s)	Tamanho de Grão
diminui	aumenta	aumenta

### V.5.2.b. Solubilização (Esquema Quantitativo)

T (K)	t encharque	$\Phi$ (nm)	$\Phi$
Ambiente	-	33	-
1573	300	431	50
	600	602	49
	900	745	30
	1200	761	17
	1800	2184	13

**V.5.3.a. Compressão a Quente ( 1 Passe) (Esquema Qualitativo)**

Tempratura (K)	Tempos	Tamanho da Partícula	Região da Amostra	Tamanho de Grão
1173	curto	maior	S	maior
		menor	EI	menor
	longo	maior	S	maior
		menor	EI	menor
1273	curto	maior	S	maior
		menor	EI	menor
	longo	maior	S	maior
		menor	EI	menor
1373	curto	maior	S	menor
		menor	EI	maior
	longo	maior	S	menor
		menor	EI	maior

**V.5.3.b. Compressão a Quente (1 Passe) - Esquema Quantitativo**

T (K)	t encharque (s)	Φ (μm)		TP (nm)	
		S	Ei	S	Ei
1173	32	2769	1846	90	71
	70	2569	2576	70	60
	130	3200	2946	71	19
	470	4750	3107	100	27
1273	32	2176	1023	70	47
	70	3561	1784	13	12
	130	3715	2276	9	8
	470	4615	2684	6	5
1373	32	2200	3430	38	36
	70	1653	1776	14	15
	130	1046	1400	16	12
	470	992	11614	14	10

#### V.5.4.a. Compressão a Quente (2 Passes) Esquema Qualitativo

Temperatura (K)	Tempos	Tamanho da Partícula	Região da Amostra	Tamanho de Grão
1173	curto	maior	S	menor
		menor	EI	maior
	longo	maior	S	menor
		menor	EI	maior
1273	curto	menor	S	menor
		maior	EI	maior
	longo	menor	S	menor
		maior	EI	maior
1373	curto	menor	S	menor
		maior	EI	maior
	longo	maior	S	menor
		menor	EI	maior

### V.5.3.b. Compressão a Quente (2 Passes) - Esquema Quantitativo

T (K)	t encharque total (s)	Φ (μm)		TP (nm)	
		S	Ei	S	Ei
1173	(60 + 23)	1892	2538	16,0	8,0
	(60 + 60)	1546	2353	20,0	20,5
	(60 + 338)	1384	2230	29,0	19
1273	(60 + 23)	2162	2884	9,0	22,0
	(60 + 60)	1877	1769	9,0	23,0
	(60 + 335)	1238	1384	9,5	20,0
1373	(60 + 37)	1153	1153	13,0	18,0
	(60 + 60)	1174	1453	11,5	18,0
	(60 + 338)	1307	1536	13,0	6,5

### V.6. TRABALHOS FUTUROS

- Observação microestrutural por técnica de preparação de amostra de folha fina.
- Variação da altura do corpo de prova no ensaio de compressão a quente.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - DE FONSECA, A.J. Influência da Pré-Laminação nas Microestruturas e Propriedades do Aço Silício de Grão-Orientado Via Laminação Steckel Dissertação (Mestrado), Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais. Setembro, 1989.
- 2 - Publicação Técnica da Acesita. Cia. Aços Especiais Itabira, MG. Aços do Silício de Grão-não-Orientado (GNO). Aços do Silício de Grão Orientado (GO). 1987.
- 3 - ABBRUZZESSE, G. Metallurgical Conditions for Development of Adequate Magnetic Properties in grain-oriented silicon iron. IEEE Transactions on Magnetic, Vol. 25, N<sup>o</sup> 5, pp. 3955-3957, September 1989.
- 4 - SUN, W.P. Measurement and Analysis of MnS Precipitation in Electrical Steels. A Thesis submitted to the Faculty of Graduate Studies and Research in Partial Fulfilment of the Requirements for the Degree of Doctor of Philosophy. Department of Mining and Metallurgical Engineering. Mc Gill University, Montreal, Canada. January, 1991.
- 5 - The Metallurgy of Iron and Silicon-Iron for Soft Magnetic Applications. A technical report by Armco Steel Corporation Middletown, Ohio. October, 1970.

- 6 - CUNHA, M.A. Structure and Magnetic Properties of Si-Fe Ribbons Produced by Rapid Solidification. A dissertation submitted in accordance with the requirements for the degree of Doctor of Philosophy Department of Metallurgy. Houdsworth Scholl of Applied Science. The University Lee ds, Engand, May, 1988.
- 7 - DE ANDRADE, P.R.C.FERNANDES, W.M.A.; LANA, N.O.A. Fabricação de Aços ao Silício de Grão-Orientado na Acesita. Seminário de Materiais Magnéticos. Associação Brasileira de Metais, 9 - 12 de novembro de 1987, pp. 103-115, São Paulo, SP.
- 8 - MASSALSKI, T.B.; MURRAY, J.L.; BENNETT, L.H.; BAKER, H. Binary Alloy Phase Diagrams, Vol. 2, ASM, Ohio, 1986, p. 1771-1772.
- 9 - ARAI, K.I. & OHMORI, K. Grain Growth Characteristics and Magnetic Properties of Rapidly Quenched Silicon Steel Ribbons. Metall. Trans. A., Vol. 17A, 1986, pp. 1295-99.
- 10 - SHIMIZU, Y.; ITO, Y.; IIDA, Y. "Formation of the Goss Orientation near the Surface of 3 Pct Silicon Steel During Hot Rolling" Metall. Trans. A., Vol. 17A, 1986, pp. 1323-34.
- 11 - MISHRA, S.; DARMANN, C.; LUCKE, K. New Information on Texture Development in Regular and High-Permeability Grain-Oriented Silicon Stels. Metall. Trans. A., Vol. 17A, pp. 1301-12, 1986.
- 12 - MOSES, A.J. "Problems in the Use of High Permeability Silicon-Iron in Transformes Cores" J. Magn. Materials, Vol. 19, pp.36, 1980.

- 13 - OBARA, T.; TAKAMIYA, T.; TAKUCHI, H.; KAN, T. Control of Inhibitor Precipitation for Producing Grain-Oriented Si-Steels. Proceedings of ASM Conference held in Cincinnati, October, 1991.
- 14 - MATSUO, M; SAKAI, T.; SUGA, Y. Origin and Development of Through-the-Thickness Variations of Texture in the Processing of Grain-Oriented Silicon Steel. Metall. Trans. A, Vol. 17A, pp. 1313-22, 1986.
- 15 - WAECKERLÉ, T.; MEKHICHE, M.; BRUN, C. Improvement of Magnetic Permeability in Pure Iron Sheets. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol. 133, pp. 195-7, 1994.
- 16 - SUM, W.P.; MILITZER, M; JONAS, J.J. Strain-Induced Nucleation of MnS in Electrical Steels. Metall. Trans. A, Vol. 23A, pp. 821-830, 1992.
- 17 - SHOEN, J.W. High Temperature Grain-Growth During Slab-Reheating of Oriented 3 Pct Si-Fe Made Using Continuous Casting. Metall. Trans. A, Vol. 17A, pp. 1335-46, 1986.
- 18 - GRENOBLE, H.E. The Role of Solute in the Secondary Recrystallization of Silicon Iron. IEEE Transactions Magn, pp. 1427-32, Vol. MAG-13, N° 5, September 1977.
- 19 - LYUDKOVSKY, G. & SOUTHWICK, P.D. The Effect of Thermoluminescence History upon the Microstructure and Magnetic Properties of Nonoriented Silicon Steels. Metall. Trans. A, Vol. 17A, pp. 1267-75, 1986.
- 20 - IWAYAMA, K; HARATANI, T. The Dissolution and Precipitation Behaviour of AlN and MnS in Grain-Oriented 3% Silicon-Steel with High Permeability. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. Vol. 19, pp. 15-17, 1980.

- 21 - GOL'DSHTEYN, V.Y.A.; BOBKOVA, O.P., NITSKAYA, S.G. Influence of Grain Boundary Migrations on the Parameters of an Inhibitor Phase in Alloy Fe-3% Si. Fiz. Metal. Metalloved. Vol. 54, N° 3, pp. 512-517, 1982.
- 22 - SOKOLOV, B.K. Interaction of Grain Boundaries and Dispersed Inclusions of Soluble Phase. Fiz. Metal. Metalloved., Vol. 43, N° 5, pp. 1028-35, 1977.
- 23 - KIESSLING, R. & LANGE, N. Non-metallic Inclusions in Steel. The Metals Society, London, Part II, pp. 97-145, 1978.
- 24 - PETROVA, E.F.; ROGOV, A.L.; BORISENKO, V.G.; PETRENKO, A.G.; KONONOV, A.A.; SHVARTSMAN, L.A. Solubility of Manganese Sulphide in Silicon Ferrite. Patent Number 669.14.018.0583, pp. 117-122, 1975.
- 25 - AINSLIE, N.G. & SEYBOLT, A.U. Diffusion and Solubility of Sulphur in Iron and Silicon - Iron Alloys. Journal of Iron and Steel Institute. Vol. 194, pp. 341-50, 1960.
- 26 - FIEDLER, H.C. The Solubility of Sulfur in Silicon-Iron. Transactions of the Metallurgical Society of AIME. Vol. 239, pp. 260-63, 1967.
- 27 - WRIEDT, H.A. & HU, H. The Solubility Product of Manganese Sulfide in 3 Pct Silicon-Iron at 1270 to 1670 K. Metall. Trans. A., Vol. 7A, pp. 111-17, 1976.
- 28 - HONEYCOMBE, R.W.K. The Plastic Deformation of Metals. Edward Arnold Publishers Ltda., pp. 178, 1968.
- 29 - CAHN, R.W. & HAASEN, P. Physical Metallurgy. North-Holland Physics Publishing. Third, revised and enlarged edition, 1983.

- 30 - KESTERNICH, W. Dislocation-Controlled Precipitation of TiC Particles and Thin Resistance to Coarsening. Philosophical Magazine A, vol. 52, n<sup>o</sup>4, pp. 533-548, 1985.
- 31 - CZURRATIS, P. ; KROGEL, R. LÖFFLER, H. Nucleation and Growth of Grain Boundary Precipitates in Al - 2,0 at % Zn-10 at % Mg. Alloy at Elevated Temperatures. Z. Metallkod, vol. 79, pp. 307-312, 1988.
- 32 - SILCOCK, J.M. & TUNSTALL, W.J. Partial Dislocation Associated with NbC Precipitation in Austenitic Stainless Steels. Philosophical Magazine A, Vol. 52, pp. 361-89, 1964.
- 33 - NAYBOUR, R.D. Hardening During Deformation of an 18 Cr/ 12 Ni/ Nb Austenitic Steel at 650°C. Acta Metallurgica, Vol. 13, pp. 1197, november, 1965.
- 34 - PADILHA, A.F.; FILHO, F.A. Técnicas de Análise Microestrutural. Hemus Editora Ltda.
- 35 - RUSSEL, K.C. The Role of Excess Vacancies in Precipitation. Scripta Metallurgica. Vol. 3, pp. 313, 1969.
- 36 - AARONSON, H.I. & LEE, J.K. Lectures on the Theory of Phase Transformation. Aaron H.I., ed., TMS-AIME, New York, pp. 83-115, 1982.
- 37 - DUTTA, B. & SELLARS, C.M. Effect of Composition and Process Variables on Nb (C, N) Precipitation in Niobium Microalloyed Austenite. Materials Science and Technology, vol. 3, pp. 197-205, march, 1987.
- 38 - LIU, W.J. & JONAS, J.J. Nucleation Kinetics of Ti Carbonitride Microalloyed Austenite. Vol. 20A, pp. 689-697, April, 1989.

- 39 - LIFSHITZ, I.M. & SLYOZOV, V.V. The Kinetics of Precipitation from Supersaturated Solid Solutions. Journal Physics Chemistry Solids, Vol. 19, nº 1/2, pp. 35-50, 1961.
- 40 - SUN, W.P.; LIU, W.J.; JONAS, J.J. A Creep Technique for Monitoring MnS Precipitation in Si Steels. Metallurgical Transactions A, vol. 20A, pp. 2707-2715, Decembre, 1989.
- 41 - PADILHA, A.F. & SICILIANO, F.J. Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM - São Paulo, 1995. pp. 70-72.
- 42 - HAESSNER, F. Recrystallization of Metallic Materials. Dr. Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, 1978. pp. 1-2.
- 43 - MISHRA, S.; DARMANN, C.; LÜCKE, K. On the Development of the Goss Texture in Iron-3% Silicon. Acta Metall., Vol. 32, Nº 12, pp. 2185-2201, 1984.
- 44 - INOKUTI, Y.; MAEDA, C.; ITO, Y. Computer Color Mapping of Configuration of Goss Grains After an Intermediate Annealing in Grain Oriented Silicon Steel. Transactions ISIJ, vol. 27, pp. 139-144, 1987.
- 45 - ANDRADE, A.H.P.; VEIGA, S.H.B.; MONTEIRO, W.A. Aço Silício de Grão Não Orientado. Seminário de Materiais Magnéticos. Associação Brasileira de Metais, pp. 71-80, Novembro de 1987. São Paulo, S.P.
- 46 - CULLITY, B.D. Introduction to Magnetic Materials. Wesley Publishing Company, USA, pp. 491- 555, 1972.
- 47 - LITTMAN, M.F. Iron and Silicon-Iron Alloys. IEEE Transactions in Magnetic, vol. MAG-7, nº 1, pp. 48-60, March, 1971.

- 48 - BRISSONNEAU, P. Non-oriented electrical steels. Journal of Magnetism and Magnetic Material. vol. 41, pp. 38-46, 1984.
- 49 - PAPIRNO, R. Axial Compression Testing, Metals Handbook, Ninth Edition, Vol. 8. Mechanical Testing, American Society for Metals, pp. 55-58.
- 50 - SILVA, A.M.S. Análise do Processo de Laminação a Quente. Tese de Mestrado, Departamento de Metalurgia, Universidade Federal de Minas Gerais, Junho, 1978.
- 51 - MERCALL, J.F.; PAPIRNO, R. ; Mc LAUGHLIN, Stress and Deformation States Associated with Upset Tests in Metals, in Compression Testing of Homogeneous Materials and Composites. R. Chait and R. Papirno, Ed., STP. 808, ASTM, Philadelphia, pp. 7-23, 1983.